

Charakterisierung des Relaxationsverhaltens von $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}(001)$ Schichten mittels Röntgentopographie

Dissertation

Zur Erlangung des akademischen Grades

`d o c t o r u m r e r u m n a t u r a l i u m`

(Dr. rer. nat.)

im Fach Physik

eingereicht an der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät I

der Humboldt-Universität zu Berlin

von

Jens-Uwe Pfeiffer

geboren am 14. Februar 1966 in Greifswald

Präsident der Humboldt-Universität zu Berlin

Prof. Dr. Jürgen Mlynek

Dekan der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät I

Prof. Dr. Bernhard Ronacher

Gutachter:

1. Prof. Dr. Rolf Köhler
2. Prof. Dr. Wolfgang Neumann
3. Prof. Dr. Helmut Klapper

Tag der mündlichen Prüfung: 14.12. 2001

Inhalt

1	Einleitung.....	1
2	Relaxation in heteroepitaktischen Systemen.....	5
2.1	Pseudomorphes Schichtwachstum.....	5
2.2	.Ursachen der Verspannung.....	6
2.3	Elastische und plastische Relaxation	11
2.3.1	Elastische Relaxation.....	12
2.3.2	Plastische Relaxation.....	15
2.4	Geometrie von Misfitversetzungen.....	16
2.5	Kritische Schichtdicke.....	23
2.6	Gleiten von Versetzungen in verspannten Schichten.....	28
2.7	Fragestellungen und Motivation.....	32
3	Experimenteller Teil.....	37
3.1	Messmethoden und Apparaturen.....	37
3.1.1	Röntgenmethoden.....	37
3.1.1.1	Röntgentopographie.....	38
3.1.1.2	Röntgendiffraktometrie	40
3.1.2	Röntgentopographie.....	40
3.1.2.1	Section-Topographie	41
3.1.2.2	Lang-Topographie.....	42
3.1.2.3	Berg-Barrett Technik.....	43
3.1.2.4	Weisstrahltopographie	44
3.1.2.5	Zweikristalltopographie.....	45
3.1.2.6	Auflösung	47
3.1.2.7	Krümmbarer Kollimatkristall.....	49
3.1.3	Kontrastentstehung.....	50
3.1.3.1	Beugungskontrast.....	50
3.1.3.2	Kinematischer Kontrast.....	52
3.1.3.3	Orientierungskontrast.....	52
3.1.3.4	Strukturfaktorkontrast	54
3.1.4	Synchrotronofen.....	56

3.1.5	Temperofen für Kurzzeittemperungen.....	60
3.1.6	Röntgentopographiekamera (RTK).....	62
3.1.7	Atomkraftmikroskopie.....	64
3.1.8	Digitalisierung von Topogrammen.....	66
3.1.9	Durchführung des Synchrotron-Experiments zur Bestimmung der Versetzungsgleitgeschwindigkeit.....	68
3.1.9.1	Beamline.....	69
3.1.9.2	Auslegung des Synchrotronexperiments.....	70
3.1.9.3	Durchführung des Synchrotron-Experimentes.....	74
3.1.10	Ex-Situ Laborexperiment.....	77
3.1.11	AFM-Untersuchungen	79
3.1.12	TEM-Untersuchungen	84
3.2	Proben.....	85
3.2.1	Probenherstellungsverfahren.....	85
3.2.2	Probenparameter.....	91
3.2.3	Probenpräparation.....	94
4	Ergebnisse und Diskussion.....	96
4.1	Gleitgeschwindigkeit.....	96
4.2	Nukleation.....	106
4.3	Experimentelle Ergebnisse zur Nukleation	110
4.4	Blockierung und Quergleiten.....	120
4.5	Gezielte Nukleation.....	129
4.6	Immobilisierung von Versetzungen.....	133
4.7	Bestimmung des Relaxationsgrades.....	135
5	Zusammenfassung und Ausblick.....	137
6	Literaturverzeichnis.....	141

1 Einleitung

Die Untersuchung von Halbleiterschichtsystemen ist in der aktuellen Festkörperphysik von großem Interesse. Der Herstellung von verspannten Schichten mittels Heteroepitaxie kommt dabei besondere Bedeutung zu. Die Zahl der einsetzbaren Materialkombinationen wächst erheblich, wenn es gelingt auch Materialien mit Gitterparameterunterschieden in hoher Perfektion aufeinander abzuscheiden. Die Motivation für den Einsatz verspannter Schichtsysteme liegt darin, bestimmte Materialeigenschaften, wie die Elektronenbeweglichkeit und den Bandabstand steuerbar zu verändern. Außerdem ist es möglich, die elastische Verspannung des Schichtmaterials als freien Parameter zu verwenden, um eine bestimmte Ober- bzw. Grenzflächenmorphologie zu erreichen. Für das in dieser Arbeit untersuchte Schichtsystem Silizium-Germanium auf Silizium(001) steht die Erhöhung der Ladungsträgerbeweglichkeit im Vordergrund. Dies wird in der Mikroelektronik für extrem schnelle Transistoren in Siliziumtechnologie ausgenutzt.

Für den erfolgreichen Einsatz sowohl verspannter als auch relaxierter SiGe-Schichten muss der Prozess der Bildung von Misfitversetzungen beherrscht werden. Bei verspannten SiGe-Schichten als Basis eines HBT's ¹ muss z.B. unbedingt die Ausbildung von Misfitversetzungen in der Schicht verhindert werden. Hierbei wirken an die Oberfläche durchstoßende Versetzungssegmente als Kurzschlüsse im p-n-Übergang des fertigen Bauelements und führen so Ausbildung von Leckströmen und schließlich zum Ausfall des Bauelementes [RHK93]. Im Fall des verspannten Siliziums als Kanal eines MOSFET ² muss dabei verhindert werden, dass durchstoßende Versetzungen aus der relaxierten Pufferschicht die aktive Schicht erreichen, ansonsten wird die Elektronenbeweglichkeit und damit die Schaltgeschwindigkeit des Bauelements stark herabgesetzt. Die für einen kommerziellen Einsatz notwendige gleichmäßige Relaxation der Silizium-Germanium-Pufferschicht und Durchstoßversetzungsdichten von weit unter 10^6 cm^{-2} sind jedoch auch mit gradierten Schichten noch nicht erreicht worden.

1 Heterojunction bipolar transistor

2 Metal oxide silicon field effect transistor

Die heutigen Herstellungsprozesse integrierter Schaltkreise kommen nicht ohne Hochtemperaturbehandlungen zur Reinigung von Oberflächen bzw. zum Aufbringen bestimmter Schichtfolgen aus. Durch diese Temperaturbehandlungen kann es bereits zum Einsetzen von Relaxation kommen, wenn eine bestimmte kritische Dicke der verspannten SiGe-Schicht überschritten wird. SiGe/Si-Schichten mit hohem Relaxationsgrad bzw. hohen Versetzungsdichten wurden bereits von verschiedenen Arbeitsgruppen mittels Transmissionselektronenmikroskopie und Röntgendiffraktometrie in-situ untersucht. Es konnte hierbei festgestellt werden, dass nominell gleiche Proben zum Teil sehr unterschiedliche Relaxationsgrade nach gleich langen Temperzeiten aufweisen [FIS95].

Deshalb wurden in der vorliegenden Arbeit die frühen Phasen der Relaxation untersucht, die im wesentlichen durch Nukleationsprozesse geprägt werden, da hier die Ursache für das unterschiedliche Verhalten vermutet wird. Es soll geklärt werden, ob die Gleitgeschwindigkeit von Misfitversetzungen von der Dotierung bzw. anderen Parametern wie z.B. den Wachstumsbedingungen und dem Epitaxieverfahren abhängt, und in welcher Art und Weise es zur Nukleation von Misfitversetzungen kommt. Es soll festgestellt werden, ob die Prozesse Quergleiten und Blockieren von Versetzungen in der frühen Phase der Relaxation eine Rolle spielen. Ein weiterer Untersuchungsgegenstand war die Frage nach dem Auftreten von Versetzungsmultiplikation als möglicher Quelle für die Versetzungsbildung. Ausserdem sollte festgestellt werden, wie die Versetzungsbildung beeinflusst werden kann, um eine möglichst homogene Relaxation zu erreichen.

Als Methode wurde die Röntgentopographie mit ergänzenden Untersuchungen durch Atomkraftmikroskopie und Transmissionselektronenmikroskopie gewählt. Die Röntgentopographie erlaubt als einzige Methode die zeitliche Beobachtung der Entwicklung des Misfitversetzungsnetzwerks auf Probenflächen von bis zu mehreren cm^2 und bis zu linearen Versetzungsdichten von 10^3 cm^{-1} . Ein Synchrotronexperiment wurde notwendig, da nur Synchrotronstrahlungsquellen die für die in-situ-Topographie benötigten Röntgenintensitäten bereitstellen können.

Die Arbeit ist wie folgt gegliedert:

Im Kapitel 2 wird auf die Ursachen der Verspannung und die Relaxationsmechanismen eingegangen. Die plastische Relaxation durch die Ausbildung von Misfitversetzungen wird ausführlich diskutiert. Das Konzept der kritischen Schichtdicke wird erklärt und hinsichtlich seiner Anwendbarkeit und Grenzen besprochen. Auf die oben angeführten Fragestellungen und den in der Forschung erreichten Stand wird ausführlich eingegangen.

Im Kapitel 3 der Arbeit werden zunächst die verwendeten Methoden und Apparaturen beschrieben. Dabei wird besonders auf die Röntgenmethoden, speziell die Röntgentopographie eingegangen. Die Apparaturen, vor allem für die durchgeführten Synchrotronexperimente, werden detailliert beschrieben.

Die experimentellen Ergebnisse werden in Kapitel 4 diskutiert. Die aus Röntgenexperimenten bestimmten Gleitgeschwindigkeiten werden mit den experimentellen Ergebnissen anderer Gruppen verglichen und diskutiert. Die beobachteten Phänomene „Blockieren“ und „Quergleiten“ werden beschrieben und die Bestimmung des Relaxationsgrades bzw. der Versetzungsdichte mittels Röntgendiffraktometrie dargestellt. Abschließend werden die Experimente zum gezielten Erzeugen bzw. Aktivieren von Versetzungen mittels Laserbehandlung und dem Stoppen von Versetzungen an Streifen, in die Ar-Ionen implantiert wurden, beschrieben.

Die im Rahmen der Arbeit erzielten Ergebnisse werden zusammenfassend dargestellt und es wird ein Ausblick auf noch zu klärenden Fragen gegeben.

2 Relaxation in heteroepitaktischen Systemen

2.1 *Pseudomorphes Schichtwachstum*

Das gesetzmäßig orientierte Aufwachsen einer kristallinen Substanz auf einer anderen wird als Epitaxie bezeichnet. Eine Substanz B wächst mit einer durch einen Kristall A vorgegebenen Vorzugsrichtung auf diesem Kristall auf, wenn sich die Elementarmaschen in der Wachstumsebene in mindestens einer Richtung, jedoch meist in zwei Richtungen ähneln. Dabei sind Gitterparameterunterschiede von bis zu 10% möglich. Dieser Unterschied wird als Gitterfehlانpassung bezeichnet. Ist dieser größer, kommt es trotz Ähnlichkeit der Elementarzelle nicht zur Epitaxie. Es wird zwischen der sogenannten Homoepitaxie und der sogenannten Heteroepitaxie unterschieden, je nachdem ob die Schicht aus gleicher bzw. verschiedener Substanz wie das Substrat besteht. Ein Spezialfall der Heteroepitaxie ist das achsenparallele Aufwachsen von Substanzen mit gleicher Kristallstruktur. Dabei kann es zur Ausbildung einer kohärenten Phasengrenze kommen, wenn die Gitterkonstanten der Komponenten gleich sind oder die Schicht mechanisch verspannt und ohne Versetzungsbildung aufwächst. Dies bezeichnet man als pseudomorphes Wachstum. Für den Fall des Wachstums von Substanzen mit kubischer Elementarzelle auf (001)-orientiertem Substrat wird diese in der Regel tetragonal verzerrt.

Im Rahmen dieser Arbeit wurden pseudomorph gewachsene Silizium-Germanium-Schichten³ auf Silizium (001)-Oberflächen untersucht. Sowohl Silizium als auch Germanium weisen eine kubische Elementarzelle mit Diamantstruktur auf.

3 Sofern nicht explizit darauf hingewiesen wird, gelten die Betrachtungen zur Relaxation nur für Silizium-Germanium-Schichten mit (001)-Orientierung.

2.2 .Ursachen der Verspannung

Heteroepitaktische Systeme besitzen bei verschiedenen Gitterkonstanten der Komponenten eine Gitterfehlانpassung. Die Größe f wird auch als relaxierte Gitterfehlانpassung bezeichnet.

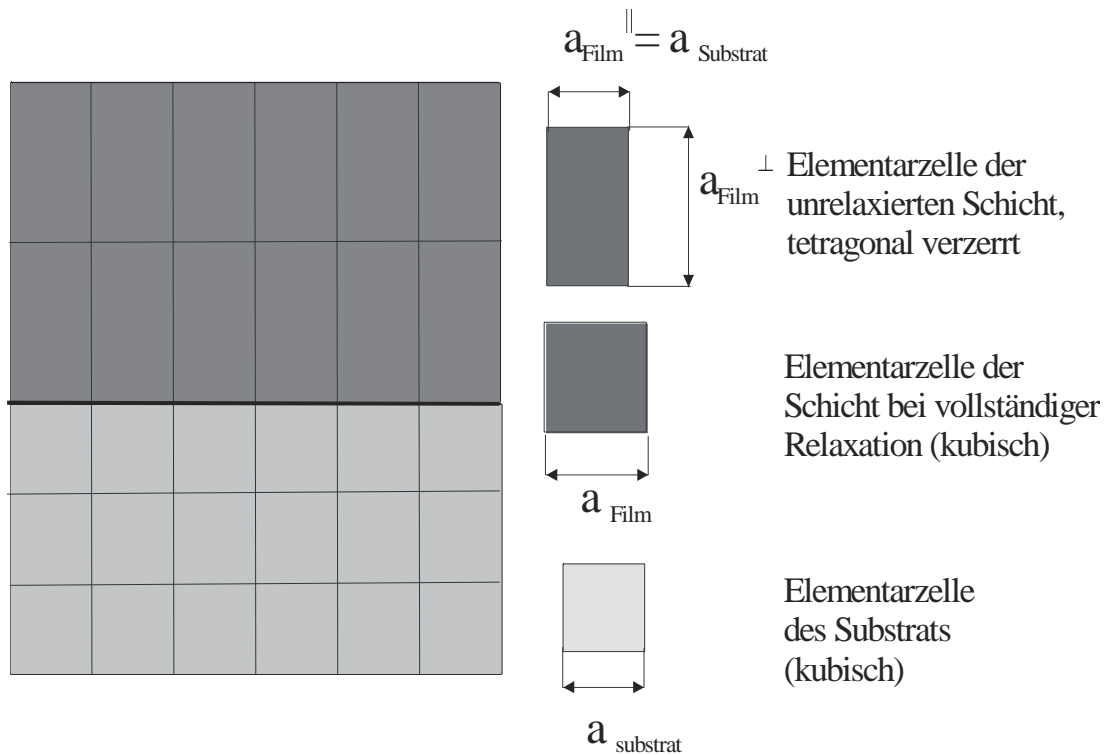


Abb. 2.1 Pseudomorphes Wachstum und tetragonale Verzerrung der Einheitszellen

(für $a_{\text{Film}} > a_{\text{Substrat}}$)

$$f = \frac{\Delta a}{a} = \frac{a_{\text{Film}} - a_{\text{Substrat}}}{a_{\text{Substrat}}} \Bigg|_{\text{relaxiert}} \quad (2.1)$$

mit a_{Film} Gitterkonstante des unverzerrten Filmmaterials

sowie a_{Substrat} Gitterkonstante des Substrates

Verspannte Schichten wachsen bis zu einer kritischen Schichtdicke [MAT74] [HUL99] vollständig pseudomorph⁴, d.h. der Gitterparameter der Schicht ist entlang der Grenzfläche zum Substrat identisch mit dem Gitterparameter des Substrates. Wie in Abb. 2.1 dargestellt weicht das Gitter nach „oben“ aus. In erster Näherung bleibt dabei das Volumen der Schicht konstant. Der Gitterparameter von reinem Germanium ($a_{\text{Ge}} = 0,5658 \text{ nm}$) ist 4,2% größer als der von reinem Silizium ($a_{\text{Si}} = 0,5431 \text{ nm}$) [LAB82]. Silizium und Germanium sind in beliebiger Zusammensetzung mischbar. Für die Gitterkonstante des Mischkristalls $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ wird im allgemeinen eine lineare Interpolation (Vegardsche Regel) benutzt. Für Volumenmaterial und für pseudomorphe Schichten [KAS95] konnte eine Abweichung von der Vegardschen Regel nachgewiesen werden.

Die daraus folgende Fehlanpassung ist in Abhängigkeit von der Germaniumkonzentration:

$$f(x) = 0.00501x^2 + 0.03675x \text{ mit } x \leq 1 \quad x: \text{Germaniumgehalt} \quad (2.2)$$

Ähnliche Abweichungen ergab eine quadratische Anpassung der Daten von Dismukes [DIS64] durch Herzog [HER95]. Meist wird eine in Formel 2.3 angegebene lineare Form verwendet, da der auftretende relative Fehler mit ca. 7% für die relaxierte Gitterfehlanpassung klein ist. Es ergibt sich mit den Gitterkonstanten für Silizium und Germanium:

$$f(x) = 0.0417x \quad (2.3)$$

Zum Beginn des epitaktischen Schichtwachstums kommt es zu einer lateralen Anpassung der Gitterkonstante der aufwachsenden Schicht an die des Substrates. Ist die Substratoberfläche (001)-orientiert, führt dies zu einer tetragonalen Verzerrung der Einheitszelle. Die zu Grenzfläche parallelen Komponenten des Gitters stimmen überein,

Diese Annahmen gelten streng genommen nur für ein unendlich dickes Substrat, dessen Gitterparameter deshalb als konstant angenommen wird. Für den Fall sehr dünner Substrate ist das nicht der Fall und das Substrat muss für die Berechnung der Verzerrung mit einbezogen werden [FrN96]. Für die Gitterkonstanten a und die Dehnungskomponenten ϵ senkrecht und parallel zur Grenzfläche einer vollständig pseudomorphen Schicht gilt:

⁴ griech. scheinestaltig pseudo: ich lüge ; emorphae: Gestalt

$$\varepsilon_{\parallel} := \left. \frac{\Delta a}{a} \right|_{\parallel} = \frac{a_{\text{Film}}^{\parallel} - a_{\text{Substrat}}}{a_{\text{Substrat}}} = 0 \quad (2.4)$$

$$\varepsilon_{\perp} := \left. \frac{\Delta a}{a} \right|_{\perp} = \frac{a_{\text{Film}}^{\perp} - a_{\text{Substrat}}}{a_{\text{Substrat}}} \neq 0 \quad (2.5)$$

Für die Veränderung der senkrechten Komponente der Gitterparameteränderung durch die tetragonale Verzerrung, kann man den tetragonalen Verzerrungsfaktor k_v folgendermassen definieren:

$$\left. \frac{\Delta a}{a} \right|_{\perp} = \frac{a_{\text{Film}}^{\perp} - a_{\text{Substrat}}}{a_{\text{Substrat}}} = k_v \frac{a_{\text{Film}} - a_{\text{Substrat}}}{a_{\text{Substrat}}} \Big|_{\text{relaxiert}} \quad (2.6)$$

Für Schichten auf (001)-orientierten Oberflächen und kubischer Einheitszelle des Materials gilt nach [HOR78]:

$$k_v = \frac{1 + \nu}{1 - \nu} = 1 + \frac{2C_{12}}{C_{11}} \quad (2.7)$$

Dabei sind C_{11} und C_{12} die elastischen Materialkonstanten, die aus dem Hookschen Tensor \hat{C} hervorgehen. Sie sind hier und im folgenden in der Voigt-Notation d.h. nur mit zwei Indizes angegeben. ν ist die Poissonzahl (Querkontraktionszahl).

Tabelle 2.1: Materialdaten - elastische Konstanten und Gitterparameter

<i>Element</i>	C_{11} [GPa]	C_{12} [GPa]	C_{44} [GPa]	a [nm]
Silizium	165.0	64.0	79.3	0,5431 (bei 298.15K)
Germanium	129.0	49.0	66.8	0,5658 (bei 298.15K)

Quelle: [LAB82] [LAB84] [BPA96]

Hierzu sollte angemerkt werden, dass (2.7) genau der Definition der Poissonzahl für isotrope kubische Kristalle bzw. generell für elastisch isotrope Materialien entspricht.

Der Hooksche Tensor \hat{C} besitzt 81 Komponenten, wobei wegen dessen Symmetrie nur 21 voneinander unabhängig sind. Für kubische Kristalle sind aber nur noch 3 Komponenten des Tensors unabhängig. In der obigen Formulierung des tetragonalen Verzerrungsfaktors kommt die Komponente C_{44} überhaupt nicht mehr vor. Für eine (001)-Orientierung ist es damit im gegebenen Zusammenhang legitim, die Beziehungen für einen elastisch isotropen Festkörper zu verwenden. Für die in Kap. 2.3 und 2.5 verwendete Berechnung der elastischen Energie der Schicht, der Versetzungsenergie (s. Kap.2.3) und bei Betrachtungen zur kritischen Schichtdicke kann dabei gegenüber der exakten anisotropen Rechnung eine Abweichung von bis zu 20 % auftreten.

Die Poissonzahl ν beträgt mit den elastischen Konstanten aus Tabelle 2.1 für Silizium 0.273 und für Germanium 0.277. Daraus ergeben sich tetragonale Verzerrungsfaktoren von 1,751 und 1,766 [KAS95]. Häufig wird in der Literatur die Poissonzahl 0.28 [HuB99] verwendet, was $k_v \approx 1,777$ entspricht. So lassen sich die Verzerrungskomponenten ϵ senkrecht und parallel zur Substratoberfläche als

$$\epsilon_{\perp} = \epsilon_{zz} = k_v \frac{\Delta a}{a} \Big|_{\perp} = k_v f(x) \quad \text{und} \quad \epsilon_{\parallel} = \epsilon_{xx} = \epsilon_{yy} = 0 \quad (2.8)$$

schreiben.

Für $x = 25\%$ beträgt dann die Verzerrung senkrecht zur Schicht-Substrat-Grenzfläche etwa $\epsilon_{\perp} = 0,0181$.

Die elastischen Konstanten C_{ij} von $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ wurden noch nicht systematisch bestimmt, so dass für die Abhängigkeit von der Germaniumkonzentration die Vegardsche Mischungsregel angenommen wird [KAS95]. Weiterhin nimmt der Betrag der elastischen Konstanten von Silizium im Bereich von 300 K bis 1000 K nur geringfügig ab [NIE88], so dass der tetragonale Verzerrungsfaktor für diesen Bereich als temperaturunabhängig angesehen werden kann.

Eine weitere mögliche Ursache für eine Verspannung von Epitaxieschichten stellen unterschiedliche lineare thermische Ausdehnungskoeffizienten α dar. Für Silizium und

Germanium sowie SiGe-Mischkristalle wurden diese Koeffizienten im Temperaturbereich von 300 K - 1100 K mit einer Genauigkeit von 10% vermessen [WZH95].

$$\begin{aligned}\alpha_{\text{Silizium}} &= (2.7 + 0.0026T) * 10^{-6} \\ \alpha_{\text{Germanium}} &= (5.9 + 0.0021T) * 10^{-6}\end{aligned}\quad (2.9a,b)$$

Lineare Interpolation von 2.9 a u. b ergibt für den linearen thermische Ausdehnungskoeffizienten des Mischkristalls :

$$\alpha(x,T) = ((2.7 + 3.2x) + (0.0026 - 0.0005x)T) * 10^{-6} \quad (2.10)$$

Die daraus resultierende Verzerrung beträgt:

$$\varepsilon_{\text{therm}} = (\alpha(x,T) - \alpha_{\text{Substrat}}(T)) \Delta T \quad (2.11)$$

Das ergibt für $x = 25\%$ und eine typische Wachstumstemperatur von 550°C eine durch thermische Ausdehnung bedingte Verzerrung von $\varepsilon = 3.6 * 10^{-4}$. Dieser Anteil ist gegenüber der durch die Gitterfehlانpassung entstehenden Verzerrung relativ klein und spielt nur bei dickeren Schichten in denen ein wesentlicher Anteil der Gitterfehlانpassung bereits durch Misfitversetzungen (s. Kap.2.3.2) abgebaut wurde, eine nennenswerte Rolle.

2.3 Elastische und plastische Relaxation

Die in einer Schicht der Dicke h gespeicherte elastische Energie ergibt sich aus:

$$E_{\text{elast}} = 2G \varepsilon^2 \frac{(1+\nu)}{(1-\nu)} h = 2G \varepsilon^2 k_{\nu} h \quad (2.12)$$

und nimmt bereits für geringe Germaniumgehalte enorme Werte an.

G ist hierbei der Schermodul des Schichtmaterials. Da Silizium und Germanium elastisch anisotrope Materialien sind, wird ein mittlerer Schermodul, welcher sich nach der Methode von Voigt und Reuss (siehe [HIL82]) ergibt, verwendet. Für Silizium bzw. Germanium beträgt dieser 65,53 GPa bzw. 68,56 GPa. Für die Mischkristall-Schermoduli wird die Gültigkeit des Vegardschen Gesetzes angenommen. So ergeben sich für die untersuchten verspannten Schichten mit $x = 25\%$ bereits hohe Energiedichten von ca. $41 \text{ MJ} \cdot \text{m}^{-3}$. Diese im Falle von SiGe/Si-Schichten kompressive Spannung kann wie in Abbildung 2.2 schematisch dargestellt, (a) elastisch durch Ausbildung von Oberflächenwellen, durch 3D-Wachstum (Inseln), (b) durch Interdiffusion an der Grenzfläche und (c) plastisch durch

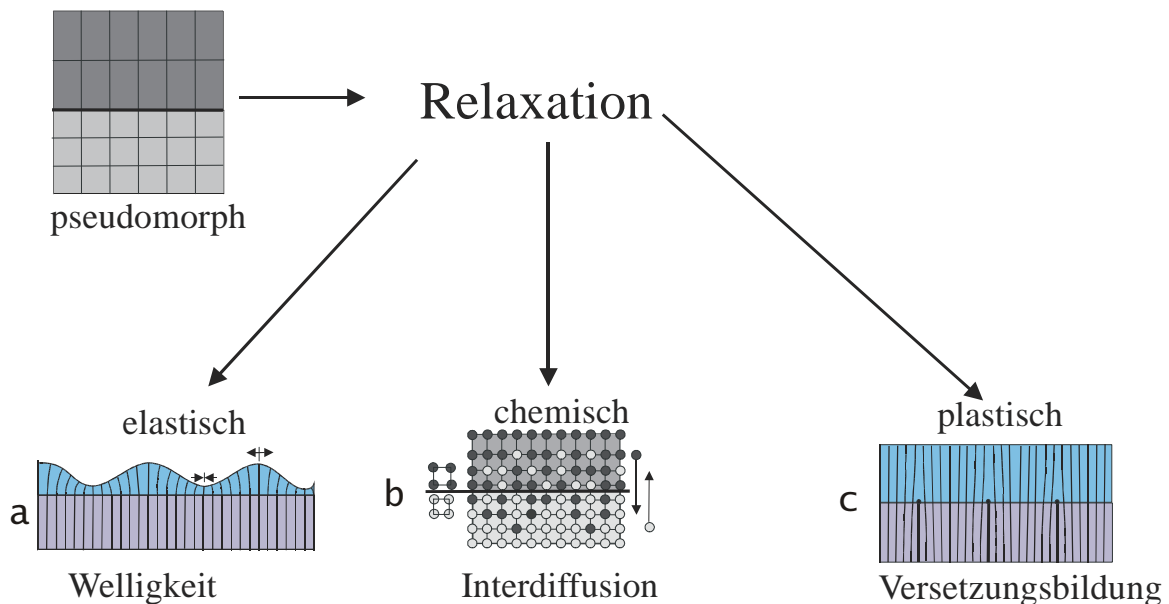


Abb. 2.2 Möglichkeiten des Abbaus von elastischen Verspannungen der Epitaxieschicht durch (a) Ausbildung von Welligkeit (b) Interdiffusion an der Grenzfläche sowie (c) Ausbildung von Misfitversetzungen

Bildung von Misfitversetzungen abgebaut werden. Auf die Interdiffusion soll hier im folgenden nicht eingegangen werden, da sie nur signifikant zur Relaxation der Schicht beiträgt, wenn die Temperatur länger als eine Stunde über 800 °C beträgt [FIS95].

2.3.1 Elastische Relaxation

Die Ausbildung von Oberflächenundulationen und Inseln im frühen Wachstumsstadium von Schichten konnte von verschiedenen Arbeitsgruppen [Cul96] [DOR98] beobachtet werden. Theoretische Arbeiten auf der Grundlage eines Kontinuumsmodells findet sich z.B. in Arbeiten von Srolovitz und Pidduck [SRO89] [PID92].

Die in der verspannten Schicht gespeicherte Deformationsenergie kann durch elastische Relaxation abgebaut werden. Die Bildung von Wellen vergrößert zwar die Oberfläche und damit die Oberflächenenergie, jedoch kann die gewonnene Deformationsenergie durch lokale Relaxation insgesamt größer sein. In großen Bereichen kann sich das Gitter der Schicht entspannen. Es wird aber auch in einigen Bereichen („Täler“) komprimiert und dadurch zusätzliche Spannung aufgebaut. Der Abbau der elastischen Spannung durch elastische Relaxation des Gitters überwiegt jedoch, so dass das System durch Ausbildung von Oberflächenundulationen Deformationsenergie abbauen kann. Es gelangt damit in einen energetisch günstigeren Zustand.

Die Morphologie der beim Wachstum entstehenden Oberfläche hängt weitgehend von den Wachstumsparametern sowie von Materialeigenschaften wie der Anisotropie der Oberflächenenergie ab. Die Ausbildung von Oberflächenwellen wird beim CVD⁵-Verfahren bei hohen Abscheidungstemperaturen ($T \geq 700$ °C), hohem Germaniumgehalt ($x \geq 15\%$) beobachtet. Bei anderer Prozessführung d.h. wenn man weitab des thermodynamischen Gleichgewichts arbeitet, wie das bei der MBE der Fall ist, führt das Wachstum zu einer planaren Oberfläche.

5 Chemical vapor deposition

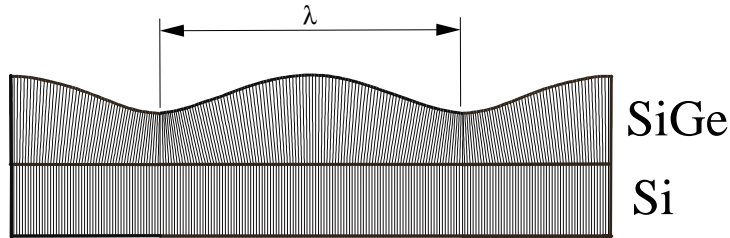


Abb. 2.3 *Elastische Relaxation der Schicht durch Ausbildung von Oberflächenwellen entlang der $\langle 100 \rangle$ Richtungen ohne Versetzungsbildung (oft als „Rippling“ bezeichnet)*

Die Wellen ordnen sich für (001)-orientierte Substrate zunächst entlang der „weichen“ $\langle 100 \rangle$ -Richtungen an. Man kann eine Abhängigkeit der Wellenlänge von der relaxierten Fehlanpassung angeben:

$$\lambda \propto f^{-2} \quad (2.13)$$

Die für einen Germaniumgehalt bis $x = 25\%$ beobachtete Wellenlänge liegt bei etwa 150 nm mit einer Amplitude von etwa 10 nm [PID92].

In späteren Wachstumsstadien, in denen bereits Versetzungen auftreten, erhält man sogenanntes Crosshatch in den Richtungen $[110]$ und $[\bar{1}10]$. Es wurde beobachtet, dass die Bildung von Versetzungen in den Bereichen erhöhter lokaler Spannung, den Tälern des Crosshatchmusters bevorzugt stattfindet [ALB95] [CHR95]. Die Form der Wellen hängt stark vom Germaniumgehalt und den Wachstumsparametern ab [PID92].

Die Wellenlänge λ der Undulation ist über folgende Formel [MRS96] :

$$\frac{t}{\lambda^2} [\mu m]^{-1} < \frac{Y f^2}{4 \gamma \pi^2} \quad (2.14)$$

bestimmt, wobei f die relaxierte Gitterfehlanpassung, Y der Elastizitätsmodul und γ die Oberflächenenergie pro Flächeneinheit ist.

Das Auftreten von schwachem Rippling auf den untersuchten Proben steht nicht im Zusammenhang mit der plastischen Relaxation durch Misfitversetzungen (s. folgendes Kap.) Eine weitere Möglichkeit für den Abbau elastischer Energie ist die Ausbildung von Inseln. Beim LPE-Verfahren entstehen in der Regel bei Germaniumgehalten bis etwa 5% Undulationen. Ein planares Wachstum wird beim LPE-Verfahren bei Einbau von Misfitversetzungen (s. Kap. 2.4) während des Wachstums erreicht. Oberhalb eines Gehaltes von 10% Germanium ist das Wachstum von facettierten Inseln (abgeschnittene oder voll ausgebildete Pyramiden mit (111)-Flächen), sogenanntes Stranski-Krastanov-Wachstum, beobachtbar.

2.3.2 Plastische Relaxation

Die oben angenommene ideale Gitterfehlpassung gilt nur für sehr dünne Schichten. Schichten können bis zu einer sogenannten kritischen Schichtdicke (siehe Kap. 2.5) pseudomorph wachsen. Darüberhinaus können sie bereits beim Wachstum durch Ausbildung von Misfitversetzungen relaxieren. Es ist bei günstiger Prozessführung dennoch möglich Schichten nahezu pseudomorph bis etwa auf 10fache kritische Schichtdicke [Sc97] zu wachsen. Diese Schichten sind dann metastabil, d.h. sie sind bei Raumtemperatur energetisch eingefroren und können nicht relaxieren.

Die plastische Relaxation wird thermisch aktiviert und erfolgt durch die Ausbildung von Misfitversetzungen (s. Kap.2.4 bis 2.6). Die Nukleation und Ausbreitung von Misfitversetzungen führen erst nach längerer Temperaturbehandlung zu plastischer Relaxation. Der Grad der Relaxation ist proportional zur Gesamtlänge des Misfitversetzungsnetzwerkes.. Das Ergebnis kurzer Temperung sind teilrelaxierte Schichten. Die Kohärenz der Grenzfläche ist durch zusätzliche Netzebenen gestört.

Für teilrelaxierte Schichten gilt:

$$\left. \begin{array}{l} a_{Film \parallel} \neq a_{Substrat} \\ \frac{\Delta a}{a} \Big|_{\parallel} \neq 0 \end{array} \right\} \quad (2.15)$$

Für eine vollständig relaxierte Schicht gilt somit :

$$a_{Film \perp} = a_{Film \parallel} = a_{Film} \quad (2.16)$$

2.16 bedeutet, dass die Einheitszelle wieder ihre ursprüngliche kubische Form angenommen hat. Es lässt sich ein Relaxationsgrad definieren, welcher den Grad des Abbaus der Spannungen quantifiziert.

$$r = \frac{\left. \frac{\Delta a}{a} \right|_{\parallel}}{f} \quad (2.17)$$

mit $r = 0$ für vollständig pseudomorphe und $r = 1$ für eine vollständig relaxierte Schicht.

Um die Fehlanpassung $f \approx 1\%$ bei einem Germaniumgehalt $x = 25\%$ vollständig abzubauen, ist es notwendig 60° -Misfitversetzungen (siehe Kapitel 2.4) mit einem mittleren Abstand p einzubauen der durch mit Gleichung

$$|\varepsilon_{\parallel}| = f(x) - \frac{b \cos \alpha}{p} \quad \text{mit} \quad |\varepsilon_{\parallel}| = 0 \quad (2.18)$$

gegeben ist. Dabei ist $\alpha = 60^\circ$ der Winkel zwischen Burgersvektor und dem Vektor senkrecht zur Linienrichtung der Versetzung (s. Abb. 2.6 \mathbf{b}_{eff}). Für teilrelaxierte Schichten kann ähnlich der Definition 2.17 ein Relaxationsgrad definiert werden:

$$\|\varepsilon_{\parallel}\| = f(x) - \frac{b \cos \alpha}{p} = f(x) (1-r) \quad \text{mit} \quad r = \frac{b \cos \alpha}{p} f(x) \quad (2.19)$$

gegeben ist.

2.4 Geometrie von Misfitversetzungen

Die plastische Relaxation erfolgt durch die Ausbildung von Misfitversetzungen⁶.

Eine Versetzung ist ein eindimensionaler Defekt. Entlang einer bestimmten Linienrichtung ist dabei das Kristallgitter gestört. Die Linienrichtung wird durch den Linienvektor beschrieben. Die Versetzung wird durch ihren Burgersvektor \mathbf{b} eindeutig charakterisiert. Die Definition ergibt sich aus dem geschlossenen Burgers-Umlauf im Kristallgitter. Dabei wird ein beliebiger geschlossener Umlauf um eine Versetzungslinie des gestörten Gitters durchgeführt und mit einem korrespondierenden Umlauf im ungestörten Ideal- oder Referenzgitter verglichen.

Meist wird dafür die RHFS⁷-Definition verwendet wie in Abb. 2.4 dargestellt. Dabei erfolgt der geschlossene Umlauf im gestörten Gitter im Uhrzeigersinn und der Burgersvektor zeigt dann vom Endpunkt zum Beginn des Umlaufs.

6 Misfitversetzungen (Fehlanpassungsversetzungen) sind durch die Lage des Segmentes in der Grenzfläche oder in ihrer Nähe ausgezeichnet und bauen daher Spannungen durch die Fehlanpassung von Schicht und Substrat ab

7 **R**ight **H**and **F**inish **S**tart

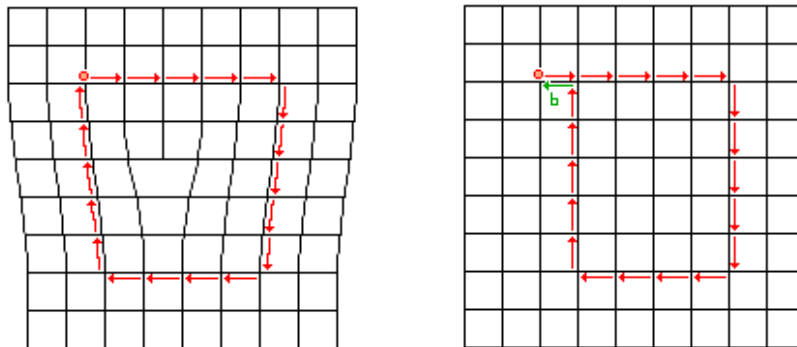


Abb. 2.4 Burgersumlauf nach der RHFS-Konvention für eine Stufenversetzung (a) Geschlossener Umlauf im gestörten Gitter (b) Umlauf im ungestörten Gitter mit Definition des Burgersvektors

Man unterscheidet je nach der Lage des Burgersvektors zur Linienrichtung zwischen reinen Stufenversetzungen und Schraubenversetzungen sowie Versetzungen mit gemischtem Charakter. Bei Stufenversetzungen steht der Burgersvektor senkrecht auf der Versetzungslinie, wogegen er bei reinen Schraubenversetzungen parallel zu ihr liegt. Als 60° -Versetzung wird eine Versetzung mit gemischtem Charakter bezeichnet, die zwischen Linienrichtung und Burgersvektor einen Winkel von 60° (Winkel λ in Abb.2.83.15) einschließt. In relaxierten SiGe-Schichten ist fast ausschließlich dieser Versetzungstyp anzutreffen.

Als Misfit- oder auch Fehlanpassungsversetzungen werden Versetzungen bezeichnet, bei denen ein geradliniges Versetzungssegment sich in der Grenzfläche zwischen einer durch Fehlanpassung unter Druck oder Zugspannung befindlichen Schicht sowie dem Substrat befindet. Durch Einbau dieser Versetzung wird die Kohärenz des Gitters an der Grenzfläche gestört. Durch die Ausbildung eines Misfitversetzungsnetzwerkes wird die mittlere Fehlanpassung kleiner und somit die Überschussspannung verringert, so dass die Schicht plastisch relaxiert.

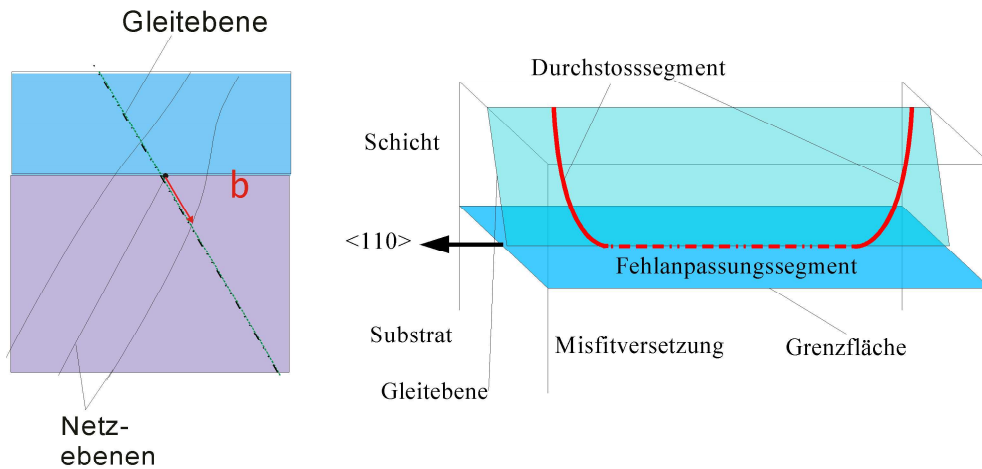


Abb. 2.5 (a) eingeschobene Netzebene und Lage der Gleitebene (b) Misfitversetzung mit der Oberfläche durchstoßenden Segmenten

Die Misfitversetzung an der Grenzfläche zwischen Substrat und Schicht wird durch den Burgersvektor \mathbf{b} charakterisiert. Die Linienrichtung in Abb. 2.5 a steht senkrecht auf der Zeichenebene (wogegen \mathbf{b} nicht in dieser Ebene liegt und nur projiziert ist). Da aber das Fehlanpassungssegment nicht einfach im Kristall enden kann, muss ein durchstoßendes Segment existieren (Abb. 2.5 b), so dass die Versetzungslinie an der nächsten freien Oberfläche (bei dünnen Schichten immer die Oberfläche der Schichtseite) endet.

Beim Gleitprozess bildet sich wegen der Komponente von \mathbf{b} senkrecht zur Oberfläche eine Oberflächendoppelstufe ($a/2$) aus. Die gesamte Versetzung besteht aus zwei durchstoßenden Segmenten sowie dem Misfitsegment. Eine andere Möglichkeit ist die Ausdehnung des Misfitsegmentes über den gesamten Kristall, wobei keine die Schicht durchstoßenden Segmente entstehen.

Das durchstoßende Segment trägt nicht zum Abbau der Spannung bei. Da diese Segmente eine auf die Grenzfläche projizierte Länge von unter $1\ \mu\text{m}$ besitzen, sind sie im Röntgentopogramm nicht auflösbar.

In Abb. 2.6 ist die Lage der möglichen Burgersvektoren zu einer $\langle 110 \rangle$ -Versetzungslinie für die kubisch flächenzentrierte Elementarzelle dargestellt. Zu jeder Linie existieren 12 mögliche Burgersvektoren vom Typ $a/2\langle 110 \rangle$.

Reine Schraubenversetzungen mit einem Burgersvektor parallel zur Linienrichtung können zwar in allen möglichen Ebenen gleiten, tragen aber nicht zur Relaxation bei. Prinzipiell können auch Stufenversetzungen auftreten. 90° -Stufenversetzungen liegen in der Grenzfläche und wären besonders „effektiv“ für die Relaxation. Diese können sich jedoch nur durch relativ langsames Klettern ausbreiten. 90° -Stufenversetzungen werden auch beobachtet, insbesondere bei hohem Germaniumgehalt [HuB89] [KVA91]. Wegen der Lage ihres Burgersvektors können sie jedoch nicht gleiten, weshalb angenommen wird, dass sie durch Versetzungsreaktionen entstehen können. Diese Versetzungen spielen deshalb im Materialsystem SiGe/Si bei niedrigem Germaniumgehalt für den Abbau von Spannungen keine nennenswerte Rolle.

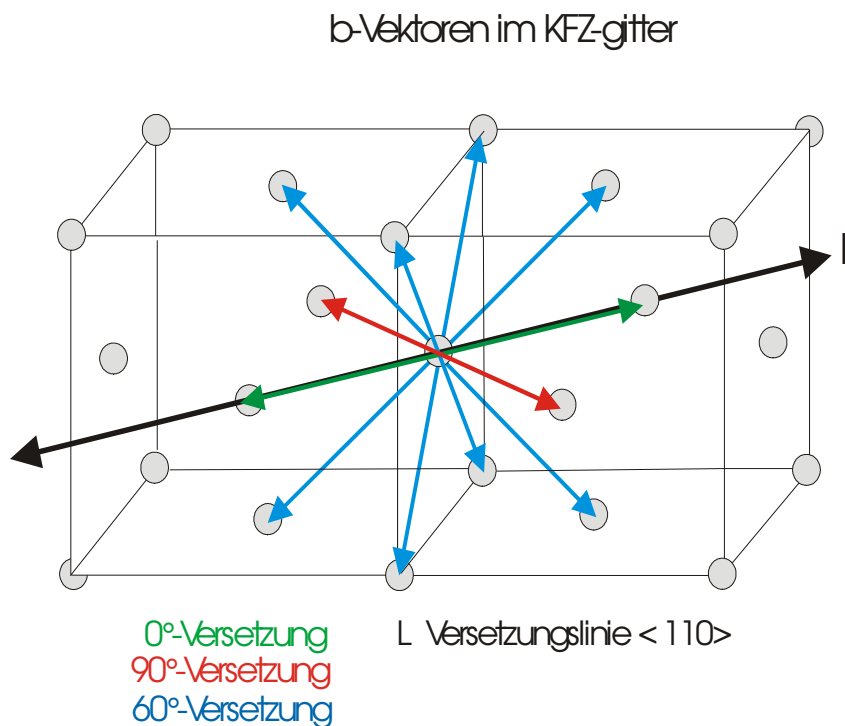


Abb. 2.6 Kubische flächenzentrierte Zelle mit Lage der möglichen Burgersvektoren.
 Analoges gilt für Kristalle mit Diamantstruktur (Silizium, Germanium)

Wenn man festlegt, dass bei den Misfitversetzungen der Burgersvektor von der Schicht in das Substrat (bzw. vom Material mit dem größeren Gitterparameter in jenes mit dem

kleineren zeigt und außerdem nur 60° -Versetzungen auftreten, ergeben sich zu jeder Lini-
enrichtung 2 mögliche Burgersvektoren (Tabelle 2.2)

<i>Linienrichtung</i>	<i>Gleitebene</i>	<i>Burgersvektoren</i>
[110]	($\bar{1}\bar{1}1$)	$\mathbf{a}/2[10\bar{1}]$, $\mathbf{a}/2[0\bar{1}\bar{1}]$
$[\bar{1}\bar{1}0]$	($\bar{1}11$)	$\mathbf{a}/2[01\bar{1}]$, $\mathbf{a}/2[\bar{1}0\bar{1}]$
$[\bar{1}10]$	(111)	$\mathbf{a}/2[10\bar{1}]$, $\mathbf{a}/2[01\bar{1}]$
$[1\bar{1}0]$	($\bar{1}\bar{1}1$)	$\mathbf{a}/2[0\bar{1}\bar{1}]$, $\mathbf{a}/2[\bar{1}0\bar{1}]$

Tabelle 2.2 mögliche Burgersvektoren für Misfitversetzungen (vom 60° -Typ) in SiGe-Schichten

Versetzungen können sich durch Gleiten und Klettern fortbewegen (s. Kap.2.6), wobei das Gleiten um Größenordnungen schneller als die langsamen Kletterprozesse erfolgt, die einen Diffusionsprozess erfordern.

Das Gleiten erfolgt in entsprechenden Gleitsystemen. Ein Gleitsystem ist durch Linienrichtung und Burgersvektor definiert. Für eine (001)-orientierte Oberfläche existieren die in der Tabelle 2.2 aufgeführten Gleitsysteme. Die Gleitebene für die Versetzung wird durch den Linienvektor und den Burgersvektor der Versetzung aufgespannt. Es existieren vier mögliche geneigte $\{111\}$ -Gleitebenen, welche die (001)-Fläche in den orthogonalen Richtungen $[110]$ und $[\bar{1}\bar{1}0]$ (Abb. 2.7) schneiden.

Die Gleichung 2.22 im folgenden Abschnitt zeigt, dass nur Versetzungen auf geneigten Ebenen die effektive Scherspannung durch die Fehlanpassung an der Grenzfläche „spüren“ (wegen $\phi = 0 \rightarrow \sigma_{MF} = 0$ bzw. $\lambda = 0 \rightarrow \sigma_{MF} = 0$) und zur Relaxation beitragen.

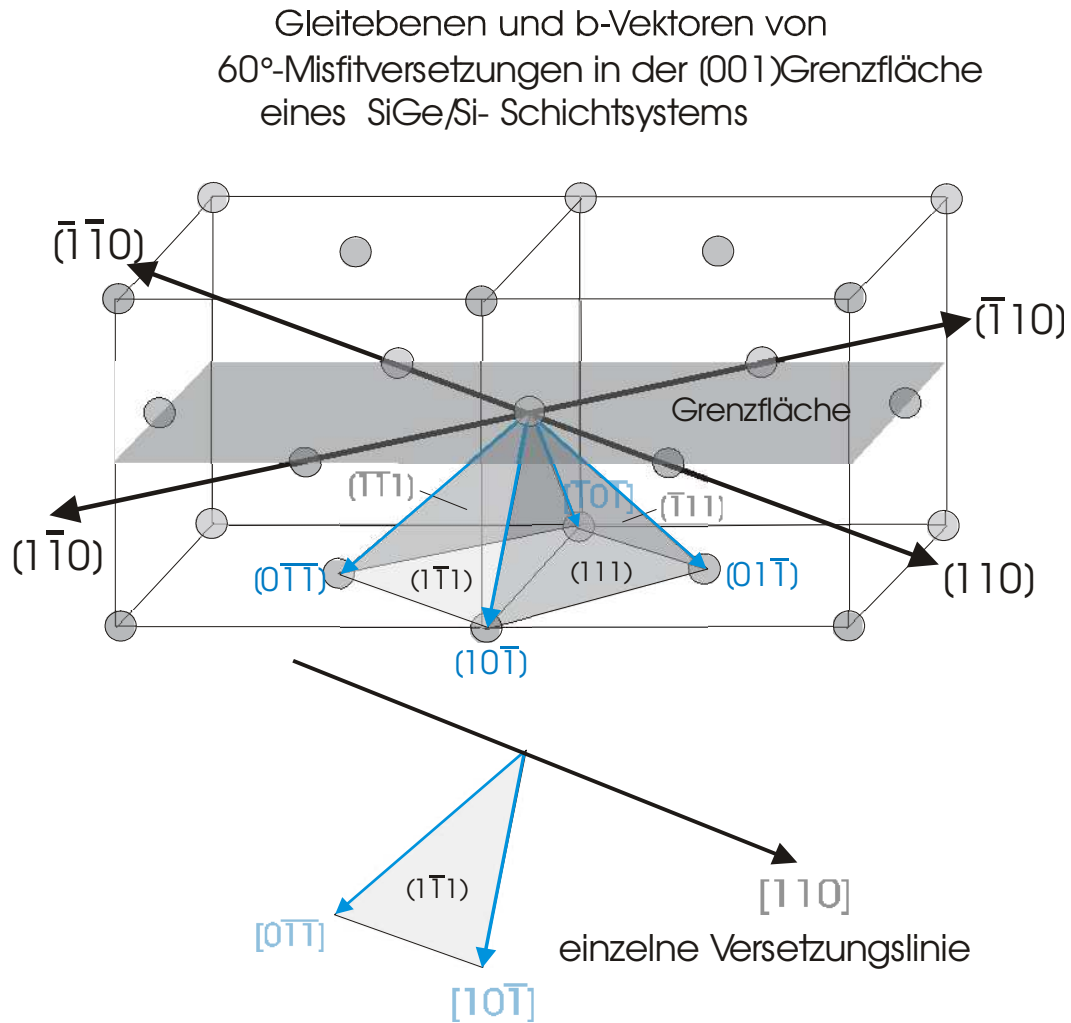


Abb. 2.7 Burgersvektoren (blau dargestellt) und Gleitebenen für 60°-Versetzungen in Diamantstruktur. Es wurden nur Burgersvektoren gewählt, die in Richtung des Materials mit kleinerer Gitterkonstante weisen.

Für den Abbau von Spannungen parallel zu Grenzfläche durch Versetzungen mit geneigtem Burgersvektor ist nur ein Teil des Burgersvektors b_{eff} (Abb. 2.8) wirksam.

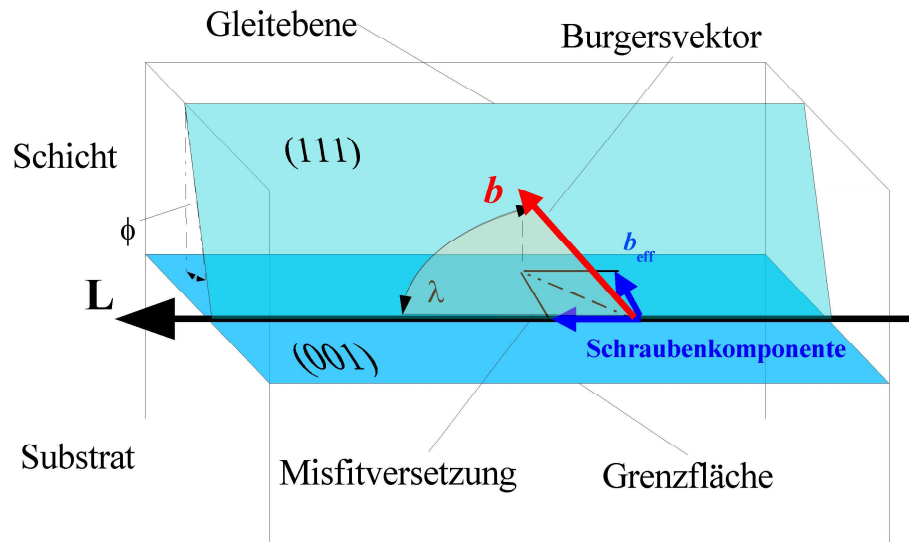


Abb. 2.8 Lage einer (111)-Gleitebene und des für die Relaxation wirksamen Anteils des Burgersvektors (hier wurde wegen der besseren Darstellbarkeit der Burgersvektor mit Richtungssinn in die Schicht gewählt) Der Burgersvektor, der mit der Linienrichtung innerhalb der Gleitebene den Winkel $\lambda = 60^\circ$ einschließt wird auf die Grenzfläche projiziert. Die Zerlegung in einen Vektor senkrecht zur Linienrichtung und parallel ergibt den Schraubenanteil sowie einen als b_{eff} bezeichneten Anteil, d.h. dem Anteil, der die Schubspannung senkrecht zur Linienrichtung abbaut. $\phi = 35,2^\circ$ Winkel zwischen Oberflächennormale der Grenzfläche und der (111)-Gleitebene

Das Gleiten von Versetzungen, wie im folgenden Abschnitt beschrieben, findet normalerweise nur in Netzebenen statt, die einen relativ großen Abstand aufweisen. Dies ist für die Diamantstruktur des Siliziums die Schar der $\{111\}$ -Ebenen. Es können jedoch auch andere Gleitsysteme eine Rolle spielen. So wurde unter anderem für hohen Germaniumgehalt d.h. für $f \approx 0.035$ [ALB93] das Gleitsystem $\langle 101 \rangle \{110\}$ beobachtet.

2.5 Kritische Schichtdicke

Das Wachstum einer Heteroepitaxieschicht erfolgt zunächst bis zu der sogenannten kritischen Schichtdicke h_c vollständig pseudomorph. Dabei ist die Kohärenz der Grenzfläche nicht durch den Einbau von Misfitversetzungen gestört. Über Gleichgewichtsbetrachtungen bestimmten von der Merwe [MER75] sowie Matthews und Blakeslee [MaB74] eine kritische Schichtdicke (Abb. 2.9) für die Ausbildung von Misfitversetzungen. Oberhalb dieser Dicke ist es für eine verspannte Schicht energetisch günstig, die Deformationsenergie über die Ausbildung von Misfitversetzungen abzubauen.

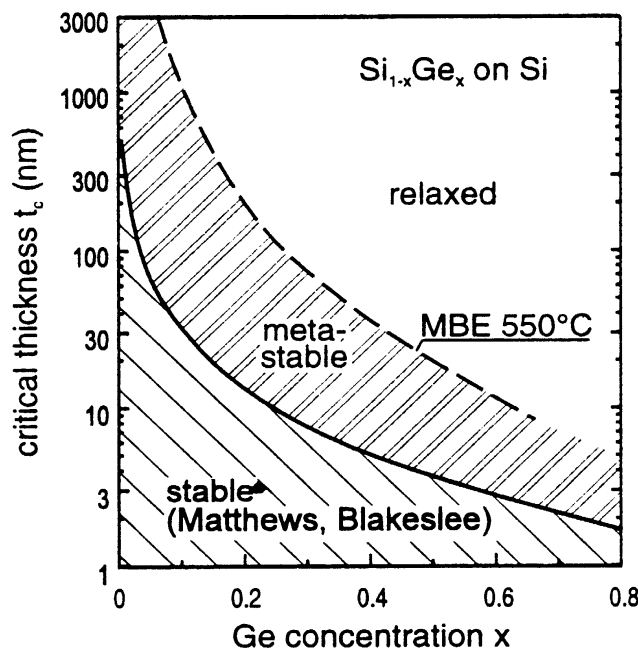


Abb. 2.9 Kritische Schichtdicke nach Matthews-Blakeslee im Vergleich mit gezüchteten metastabilen Schichten [Sc97]

Die kritische Schichtdicke h_c wird über das Verschwinden der sogenannten Überschuss-
spannung σ_{ex} definiert :

$$\sigma_{ex} = \sigma_{MF} - \sigma_T = 0 \quad (2.20)$$

Dabei ist σ_{MF} die wirksame Scherspannung auf die Versetzung mit dem Burgersvektor \mathbf{b} aufgrund der Fehlanpassung und σ_T die Spannung aufgrund der Eigenenergie der Versetzung. Es gilt:

$$\sigma_{ex} = 2 S k_v f G - \frac{Gb \cos(\phi)(1 - \nu \cos^2 \Theta)}{4\pi(1 - \nu)h_c} \ln\left(\frac{\alpha h_c}{b}\right) \quad (2.21)$$

Dabei ist $S = 1/\sqrt{6}$ der auf die 60° -Versetzen in SiGe zutreffende Schmidfaktor ($\cos \lambda \cos \phi$) mit $\lambda = 60^\circ$ (Winkel zwischen Burgersvektor und der Richtung der Druckspannung in der Grenzfläche senkrecht zur Linienrichtung) sowie dem Winkel $\phi = 35,2^\circ$ zwischen der Normalen der (111)-Gleitebene und der senkrecht zur Linienrichtung in der Grenzfläche wirkenden Druckspannung, k_v der tetragonale Verzerrungsfaktor, f die relaxierte Gitterfehlanpassung. Der Parameter α ist ein Faktor, der die Energie des Versetzungskernes berücksichtigen soll, sowie ν das Poissonverhältnis. Für kovalente Kristalle werden in der Literatur Werte zwischen 1 und 4 für den Parameter α verwendet. Der Kernparameter hat jedoch nur bei größeren Germaniumgehalten einen Einfluss. Variiert man α im Bereich von 1 bis 4, so ergibt sich für $x = 1$ für $\ln(\alpha h_c/b)$ etwa 0,9 bis 2,3 (Fehler 160%). Für die in dieser Arbeit untersuchten Proben ergeben sich mit $x = 25\%$ für $\ln(\alpha h_c/b)$ Werte zwischen 3,2 und 4,6, d.h. die mögliche Abweichung durch einen falsch gewählten Kernparameter beträgt etwa maximal 40%. Für die Berechnung der Überschussspannung wird in dieser Arbeit für Versetzungen in Silizium der Wert 4 verwendet. Es kann hier die relaxierte Gitterfehlanpassung f verwendet werden, da per Definition noch keine Relaxation stattgefunden hat. G ist wieder der Mischkristallschermmodul. Die auf eine Versetzung mit dem Burgersvektor \mathbf{b} wirkende effektive Scherspannung kann durch den Schmidfaktor S (Schmid, 1931 s. [HIL82]), beschrieben werden.

$$\sigma_{MF} = \sigma_0 S = \sigma_0 \cos \lambda \cos \phi \quad (2.22)$$

Dabei ist nach [HIL82] λ der Winkel zwischen der wirkenden Druck- bzw. Zugspannung und der Gleitrichtung (\parallel Burgersvektor) und ϕ der Winkel zwischen der Gleitebenennormalen und der senkrecht zur Linienrichtung in der Grenzfläche wirkenden Druckspannung.

Nur sogenannte 60° -Versetzungen können sich im vorliegenden Fall durch Gleiten in $\{111\}$ -Ebenen ausbreiten. Die kritische Schichtdicke ist also streng genommen nur für diesen Versetzungstyp sinnvoll definiert, da das Gleiten in $\{111\}$ -Ebenen um Größenordnungen schneller stattfindet als Kletterprozesse, bei denen die Versetzung die Gleitebene wechseln muss. Da dieses Modell keinerlei Aussage über die Wahrscheinlichkeit der Ausbildung von Versetzungen macht, kann es in der Praxis nur als grobe Faustregel für ein Beginnen der plastischen Relaxation durch Misfitversetzungen verwendet werden.

Messungen und erweiterte Modelle [PEO85] zeigen die Möglichkeit der Herstellung von metastabilen Schichten mit Dicken weit oberhalb dieses Kriteriums. Dies ist möglich, da bei der Herstellung von Heteroepitaxieschichten mit üblichen Epitaxie-Techniken (Ausnahme hierbei ist Flüssigphasenepitaxie) weitab des thermischen Gleichgewichts gearbeitet wird. Eine Annahme für das Matthews-Blakeslee-Kriterium ist ein unendlich ausgedehntes Substrat. Eine Verallgemeinerung des Matthews-Blakeslee-Kriteriums für dünne verformbare Substrate wurde durch Freund [FrN96] vorgeschlagen. Dabei nimmt das Substrat einen Teil der elastischen Energie auf und die kritische Schichtdicke steigt an.

Bei der Anwendung von SiGe-Schichten in Bauelementen wird, wenn technologischer Spielraum vorhanden ist, eine Schichtdicke gewählt die entweder unterhalb oder nur etwas oberhalb der kritischen Dicke liegt. Typische Werte für SiGe-HBT's liegen bei maximal 12% für eine gradierte 55 nm dicke Basisschicht [MEI95]. Hier spielt die Hochtemperaturbehandlung für die Reinigung und Aufbringen des Emitters eine wesentliche Rolle [Sc99].

Neuere Arbeiten erweitern das Modell der kritischen Schichtdicke in verschiedener Hinsicht:

- Das Modell von People und Bean [PEO85] [PEO86] nimmt an, dass sich die Eigenenergie der Versetzung nur in einer Region um den Versetzungskern auswirkt und erhält etwas höheren kritischen Schichtdicken.
- Cammarata und Sieradzki [CAS89] führten in ihr Modell die Oberflächenspannung ein. Es wird argumentiert, dass eine zusätzliche Kraft wirkt, die entgegengesetzt zur Ober-

flächennormale wirkt und daher die tetragonale Verzerrung verringert. Je nach Gitterparameterunterschied der relaxierten Elementarzellen erhöht sich die kritische Schichtdicke. Diese Abweichungen sind nur für eine große Gitterparameterfehlانpassung d.h. einem hohen Germaniumgehalt beim System SiGe/ Si relevant.

- Die Arbeit von Chidambarro [CSM90] betrachtet den Einfluss der Orientierung des Durchstoßsegmentes innerhalb der Gleitebene. Bestimmte Orientierungen des durchstoßenden Segmentes können die kritische Schichtdicke signifikant erhöhen. In Abb. 2.10 sind verschiedene Möglichkeiten für eine in Richtung $[1\bar{1}0]$ gleitende Versetzung dargestellt. Hat das durchstoßende Segment Schraubenversetzungscharakter, d.h. ist \mathbf{b} parallel zur Linienrichtung, so hat dies Einfluss auf die kritische Schichtdicke.

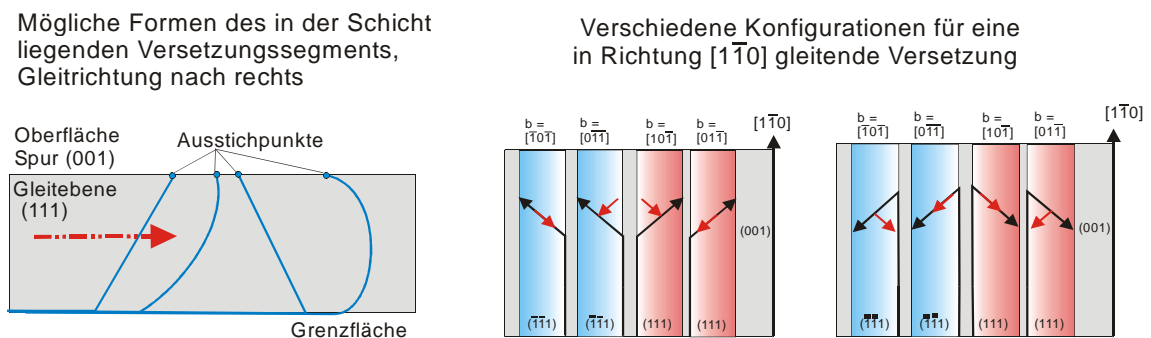


Abb. 2.10 Das Durchstoßsegment wird in Rechnungen immer als geradlinig angenommen, hat in Wirklichkeit aber meist eine kompliziertere Form

- Shintani und Fujita [ShF94] führten Berechnungen der kritischen Schichtdicke auf der Basis der anisotropen Elastizitätstheorie durch.

Alle Verfeinerungen des Matthews-Blakeslee-Formalismus ändern jedoch nichts an seiner Grundaussage nämlich einer Gleichgewichtsbetrachtung. D.h. es *kann* im Gleichgewichtsfall zu Relaxation kommen. Außerdem starten alle Modelle mit bereits vorhandenen Versetzungshalbschleifen. Die experimentellen Daten (z.B. Abb.2.9 nach [Sc97]) zeigen jedoch, dass dieses Modell die Realität nur teilweise beschreibt. Für die Relaxation sind

Energiebarrieren für die Nukleation von Versetzungen und für ihr Gleiten zu überwinden. Diese Aktivierungsenergien sind in einer Größenordnung von etwa 2,5 eV und entsprechen Temperaturen, welche weit oberhalb der Abscheidetemperaturen jeglicher Epitaxieverfahren liegen.

Nur deshalb ist es möglich Schichten im *metastabilen* Zustand abzuscheiden, der durch eine Überschussspannung $\sigma_{ex} > 0$ gekennzeichnet ist. In diesem Zustand wird eine erhebliche Deformationsenergie in der Schicht „gespeichert“.

Man kann für den metastabilen bzw. teilrelaxierten Zustand die Gleichung 2.21 modifizieren indem man einen mittleren Versetzungsabstand p (s. 2.18) einführt. Mit der b_{eff} wie in Abb. 3.15 kann man schreiben:

$$\sigma_{ex} = 2 S k_v \left(f - \frac{b_{eff}}{p} \right) G - \frac{Gb \cos(\phi)(1 - \nu \cos^2 \Theta)}{4\pi(1 - \nu)h_c} \ln \left(\frac{\alpha h_c}{b} \right) \quad (2.23)$$

hierbei ist berücksichtigt der zusätzliche Term $\frac{b_{eff}}{p}$ den Abbau der Verspannung durch den Einbau von Misfitversetzungen mit dem mittleren Abstand p . Löst man Gleichung $\sigma_{ex} = 0$ erhält man den im Rahmen dieser Gleichgewichtsbetrachtungen möglichen Minimalabstand p_{min} für einen gegebenen Germaniumgehalt x eine Schichtdicke h oberhalb der kritischen Dicke h_c .

2.6 Gleiten von Versetzungen in verspannten Schichten

Das folgende Modell für das Gleiten von Misfitversetzungen in Halbleitern ist allgemein anerkannt und in [HIL82] ausführlich beschrieben:

Normalerweise d.h. ohne Kinken, liegen die Versetzungslinien in Silizium und Germanium in wohldefinierten $\langle 011 \rangle$ -Richtungen korrespondierend mit den Minima des Kristallpotentials den sogenannten Peierlstälern.

Für das Versetzungsgleiten ist die Ausbildung von Doppelstufen entlang des durchstoßenden Versetzungssegmentes notwendig, damit sich in Folge Einfachstufen (Kinken) ausbreiten können. Dies führt zu einer Verlängerung des Fehlanpassungssegmentes. Die Geschwindigkeit der Gleitens hängt somit von der Beweglichkeit solcher Kinken ab [GIB91]. Dieser Prozess erfordert eine höhere Aktivierungsenergie als die Bewegung von Kinken. Die Bildung einer Doppelkinke erfordert die Überwindung der Peierlsbarriere zwischen den Tälern des Kristallpotentials. Diese ist für die Halbleiter mit Diamantstruktur aufgrund der kovalenten Bindungsverhältnisse relativ hoch. Zunächst kann sich ein kleiner mikroskopischer Teil der Versetzungslinie um einen interatomaren Abstand senkrecht zur Versetzungslinie bewegen. Es wird eine Doppelkinke ausgebildet. Im folgenden bewegen sich die Kinkenarme lateral auseinander d.h. parallel zu der Versetzungslinie. Dabei müssen sie eine weitere Peierlsbarriere überwinden. Die Kinkenarme erreichen die Oberfläche bzw. die Grenzfläche Schicht-Substrat. Auf diese Weise wird auch die Länge des Fehlanpassungssegmentes vergrößert und somit effektiv Spannung abgebaut. Treibende Kraft für die Ausbildung der Kinken ist die Verspannung des Materials, so dass damit die Richtung des Gleitens bestimmt ist. Die Bildung der Kinken ist ein thermisch aktivierter Prozess. Dementsprechend kann für die Versetzungsgleitgeschwindigkeit ein Ausdruck der Form:

$$V(x, h, T, r) = V_0 \sigma_{ex}^m(x, h, r) \exp\left(-\frac{E_A(x, r)}{kT}\right) \quad (2.24)$$

angenommen werden. Mit: $V_0 = B * S$

σ_{ex} ist die effektive Überschussspannung wie in Formel 2.22 definiert, r ist der Relaxationsgrad. Die Aktivierungsenergien mit 1,57-1,64 eV für Ge und 2,17-2,4 eV für Si stammen aus Experimenten mit Volumenmaterial bei Drücken von einigen 100 MPa [AHa68]. In dieser Energie ist sowohl die Schwelle für die Bildung als auch die Fortbewegung der Kinken enthalten.

Für den Vorfaktor und den Exponenten der Überschussspannung m wurden Werte nach [TuG90] verwendet. Dafür wurden Daten für das Gleiten in jeweils reinen Materialien Si und Ge verwendet und daraus der Vorfaktor V_0 und die Aktivierungsenergie E_A für den Mischkristall bestimmt.

Für die Konstante B wurde der Wert $2,81 \cdot 10^{-3} \text{ sm}^2\text{kg}^{-1}$ verwendet. Dies ist der Wert für reines Silizium, da der Wert für reines Germanium mit $2,89 \cdot 10^{-3} \text{ sm}^2\text{kg}^{-1}$ nur marginal abweicht.

Da die Vorfaktoren für beide Materialien nahezu identisch sind, spielt eigentlich nur die unterschiedliche Aktivierungsenergie für die unterschiedliche Geschwindigkeit in Silizium im Vergleich zum Germanium eine Rolle. Die Gleitgeschwindigkeit für reines Germanium (Volumenmaterial) ist bei 550°C etwa 5000mal größer als bei Silizium. Deshalb ist bei SiGe-Verbindungen ein signifikanter Anstieg der Geschwindigkeit zu erwarten. Angaben über die genaue Abhängigkeit $E_A(x)$ sind nicht bekannt. Daher wird für diese Abhängigkeit eine lineare Interpolation zwischen den Werten von Silizium und Germanium verwendet.

Für die Aktivierungsenergie gilt nach [TuG90] ein linearer Ausdruck in Abhängigkeit von der Germaniumkonzentration. Dieser wurde nach den dort mittel TEM erhaltenen Gleitgeschwindigkeiten als Parameter angepasst :

$$E_A [\text{eV}] = 2.156 - 0.7 x \quad (2.25)$$

Andere Autoren verwenden etwas abweichende Werte für diesen Zusammenhang, was zu etwas höheren Aktivierungsenergien [HUL99] führt.

Dieser einfache Zusammenhang ist zunächst etwas unverständlich, da die Kinkenbildungsenergie und damit die Aktivierungsenergie des Gleitens bei genügend hohen Spannungen herabgesetzt wird [HIL82]. Es ist nicht sofort klar, wie sich die Abhängigkeit $v(\sigma(x,r))$ auf Vorfaktor und Aktivierungsenergie verteilt.

Der Parameter m wurde [ImS83] für Silizium experimentell bestimmt und beträgt etwa 1. Für die Gleitgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom Germaniumgehalt der Schichtdicke und der Temperatur ergibt sich der Ausdruck:

$$v(x, h, T) = B S \sigma_{ex} \exp\left(\frac{-(2.156 - 0.7x)}{kT (\text{eV})}\right) \quad (2.26)$$

Für den späteren Vergleich mit eigenen Messungen wurden die aus Formel 2.26 ermittelten Geschwindigkeiten herangezogen.

In der Literatur findet man jedoch auch empirische Modelle, die von Formel 2.26 abweichen. So passt Houghton [Hou91] seine Messungen im Bereich $0 < x < 0,3$ für Strukturen mit Siliziumdeckel mit einer etwas modifizierten Formel an:

$$v = v_0 \left(\frac{\sigma_{ex}}{G} \right)^m \exp \left(\frac{-E_A}{kT \text{ (eV)}} \right) \quad (2.27)$$

Dabei beträgt die konstante Aktivierungsenergie etwa 2,25 eV, der Exponent $m = 2$ sowie der Vorfaktor $v_0 = (4 \pm 2) \cdot 10^{11} \text{ ms}^{-1}$.

Weiterhin wird eine Abhängigkeit der Versetzungsgeschwindigkeit von der Länge des durchstoßenden Segmentes beobachtet ($L \sim \sqrt{2} h$) [TuG90].

Die Abhängigkeit von Dotierungen in SiGe-Schichten wurde bereits von verschiedenen Gruppen untersucht [GIB91]. Übereinstimmend mit Studien für das Volumenmaterial konnte für As-Dotierung in der Größenordnung von 10^{17} cm^{-3} eine signifikante Erhöhung der Gleitgeschwindigkeit nachgewiesen werden. Ebenfalls wurde der Einfluss von hohen Sauerstoffkonzentrationen (etwa 10^{20} cm^{-3}) untersucht, der offenbar die Geschwindigkeit der Versetzungen [NHK91] stark herabsetzt.

2.7 Fragestellungen und Motivation

Im folgenden soll nur noch auf die plastische Relaxation mittels Misfitversetzungen eingegangen werden. Im Gegensatz zu weitverbreiteten Vorstellungen, die sich im wesentlichen auf Gleichgewichtsüberlegungen stützen, spielt der Faktor Zeit bei der plastischen Relaxation eine wichtige Rolle. Damit hängt es zusammen, dass perfekte SiGe-Schichten hergestellt werden können, deren Dicke die kritische Schichtdicke um eine Größenordnung übersteigen.

Häufig wird bei der Diskussion der plastischen Relaxation auf ein einfaches Modell verwiesen, welches auf Betrachtungen von Matthews und Blakeslee [MaB74] beruht (siehe Kapitel 2.5). Dabei wird eine kritische Schichtdicke definiert, ab der es energetisch günstig ist, Misfitversetzungen auszubilden, d.h. der Energiegewinn durch den Abbau elastischer Spannung in der Schicht wird mit der Eigenenergie der erforderlichen Misfitversetzung verglichen. In diesem Modell sind reine Gleichgewichtsbetrachtungen angestellt worden. Daher können sie nur eine Aussage über die Wahrscheinlichkeit des Einsetzens von Relaxation treffen, genauer gesagt, ob Relaxation über Misfitversetzungen überhaupt eintreten kann.

Die weiterentwickelten Modelle (siehe Kap. 2.5) ändern nichts an diesem Sachverhalt. Eine weitere Voraussetzung ist bei allen diesen Modellen das Vorhandensein von durchstoßenden Versetzungen im Substrat, die dann beim Schichtwachstum ebenfalls ein durchstoßendes Segment bilden. Durch das Gleiten eines solchen Segmentes in der Schicht wird ein Misfitsegment erzeugt, welches zur Relaxation beiträgt. Dieses Modell ist jedoch auf das Materialsystem SiGe auf Si nicht anwendbar, da die üblichen Substrate keine durchstoßenden Versetzungen aufweisen, so dass auch in der SiGe-Schicht durchstoßende Versetzungssegmente nicht auftreten. Die Versetzungsbildung erfordert also einen Nukleationsprozess. Dabei kann von einem Defekt ausgehend eine Versetzungsschleife entstehen, die sich bis zur Oberfläche und an die Grenzfläche heran ausbreitet (siehe Abb. 4.11) . Erreicht die Schleife die Oberfläche, so bildet sich eine Oberflächenstufe und eine Versetzungshalbschleife aus. Erreicht die Versetzungsschleife die Grenzfläche zum Substrat, so wird das Fehlanpassungssegment ausgebildet, welches zur Relaxation beiträgt.

Sind erst einmal Versetzungen vorhanden, wird Nukleation meist mit Versetzungsmultiplikation gleichgesetzt. Dazu gibt es bereits sehr detaillierte Vorschläge für einen Frank-Read-artigen Mechanismus [LMM92] [LEI92] [LOE92] [MLT94] der für den Fall niedriger Germaniumkonzentration auch hinreichend belegt ist. Ein anderer Mechanismus für die Versetzungsmultiplikation wurde bereits von Hagen und Strunk [HaS78] für Germanium auf GaAs beschrieben.

Hohe Versetzungsdichten sind bereits mittels Röntgendiffraktometrie, Transmissionselektronenmikroskopie und zum Teil auch mit Atomkraftmikroskopie untersucht worden. Dabei zeigte sich, dass heterogene Nukleation eine wesentliche Rolle spielt, sobald nicht mehr genügend Versetzungen aus dem Substrat als Quelle zur Verfügung stehen [LMM92]. Sobald dann eine hinreichende Anzahl von Versetzungen erzeugt wurde, setzt als zusätzlicher Prozess Versetzungsmultiplikation als Quelle neuer Versetzungen ein.

Das makroskopische Verhalten bei der fortgeschrittenen Relaxation ist weitgehend geklärt. Dazu wurde die Röntgendiffraktometrie genutzt, um Schichtdicken und die Gitterparameterabweichung der Schicht vom Substrat zu messen. Aus der Gitterparameterabweichung lässt sich der Relaxationsgrad bestimmen. Mit dieser Methode ist es zusätzlich zur Bestimmung des momentanen Relaxationsgrades möglich, die zeitliche Entwicklung während einer Temperung zu verfolgen. Für den Volumenkristall wurde eine statistische Beschreibung der Versetzungsbildung und -bewegung unter dem Einfluss mechanischer Spannung entwickelt [AHa68]. Dieses Modell konnte inzwischen auf den Fall eines Schichtsystems erweitert werden. Mechanismen zur Nukleation von Misfitversetzung und ihrer Ausbreitung bei der Relaxation lassen sich durch ein System gekoppelter Differentialgleichungen [DoT87] [GOS92] [GOS94] gut simulieren und bilden das Experiment zumindest bis zum Eintreten eines „Sättigungs“relaxationsgrades ab [Fis95]. Dabei geht in die Simulation die Anzahl der a priori vorhandenen Versetzungen, deren Gleitgeschwindigkeit, die Nukleationsrate bzw. die Versetzungsmultiplikation als Quelle neuer Versetzungen sowie eine Rate für das Unwirksamwerden von Versetzungen (z.B. durch Blockierung an Hindernissen wie kreuzenden Versetzungen s.Kap. 4.4) ein. Auf Basis eines Modells [FiZ97] für das Blockieren lassen sich auch die experimentellen Relaxationsgrade für lange Zeiten gut beschreiben.

Die Relaxation für die Germaniumgehalte von $x \sim 25\%$ erreichte ihre Sättigung nach ungefähr 10-12 Stunden bei 850 °C [FIS95]. Die Proben bei diesen Experimenten sind teilweise identisch mit den hier untersuchten. Es stellte sich heraus, dass nominell gleiche Proben (Schichtdicke, Germaniumgehalt) auch von der gleichen Epitaxieanlage Unterschiede in ihrem Relaxationsverhalten zeigten. Diese Unterschiede offenbarten sich vor allem in der Relaxationsrate für die Anfangsstadien, führten aber teilweise nach langer Temperung zu einem anderen Sättigungswert im Relaxationsgrad. Dies ist im Rahmen des oben genannten statistischen Modells nicht erklärbar. Der Schlüssel für das Verständnis dieses Verhaltens muss demnach in der Frühphase der Ausbildung von Misfitversetzungen liegen.

Zur Geschwindigkeit von Misfitversetzungen liegen Ergebnisse verschiedener Gruppen vor, die sich mit einem vergleichsweise einfachen Ansatz (2.24) [TuG90] [HBB91] recht genau beschreiben lassen.

Ein wesentlicher Einfluss von Punktdefekten ist nach Messungen für den Volumenkristall [KUL76] wohl nur für Dotierungen zu erwarten. Andere Punktdefekte wie z.B. Eigenfehlordnungen bzw. neutrale Verunreinigungen, die für verschiedene Züchtungsverfahren unterschiedlich sein können, spielen wohl keine Rolle. Dies scheint auch mit den Ergebnissen von verschiedenen Gruppen [TuG90] [HBB91] zu korrespondieren. Es fragt sich, ob dies auch allgemein gültig ist, da z.B. die Relaxation über Misfitversetzungen für das System $\text{Si}_{1-x}\text{C}_x/\text{Si}$ nur eine geringe Rolle spielt [FiZ97].

Bezüglich der Nukleation von Versetzungen gibt es verschiedene Überlegungen, jedoch kaum gesichertes Wissen. Von den verschiedenen Möglichkeiten der Nukleation sollte jedoch nur die heterogene eine Rolle spielen [KVA91]. Dies wird auch dadurch bestätigt, dass die Versetzungsdichte in gradierten Schichten von der Vorbehandlung abhängt. Sie wird durch das Einfügen einer Pufferschicht deutlich verringert [LMM92].

Aus den vorherigen Betrachtungen zur Relaxation von verspannten Schichten ergaben sich Fragestellungen und Schwerpunkte für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Experimente:

- Ist die Gleitgeschwindigkeit der Misfitversetzungen, außer von der Dotierung, abhängig von den Wachstumsbedingungen (Epitaxieverfahren, Abscheidetemperatur, Wachstumsraten, Verunreinigungen)

Um Retardierungen bei der Nukleation der Versetzungen bzw. beim Start des thermisch aktivierten Gleitprozesses zu vermeiden, sollte die Beobachtung während der Temperaturbehandlung bei konstanter Temperatur erfolgen. Diese Retardierung hängt mit dem Überwinden der eigenen Cottrell-Sphäre der Versetzung zusammen und konnte experimentell bereits nachgewiesen werden [ImS83] [SUM99].

Ein weiterer Aspekt war der nicht ohne weiteres abschätzbare Einfluss der Aufheiz- und Abkühlzeiten der Probe.

Für die Untersuchungen zur Gleitgeschwindigkeit wurden aus diesen Gründen zwei Synchrotronexperimente geplant. Diese Experimente sollten eine Beobachtung der Propagation der Misfitversetzungen in Abständen von einigen Minuten mittels Röntgentopographie ermöglichen.

Folgende Fragestellungen ergaben sich zu den verschiedenen beobachteten Phänomenen:

- (a) Nukleation: Welche Defekte bzw. Störungen sind für die Ausbildung der Versetzungen verantwortlich ?

Diese Frage ist detailliert nur durch die Zielpräparation zu klären. In der Literatur finden sich auch keine Hinweise auf die in-situ-TEM-Beobachtung von frühen Phasen der Relaxation bzw. der Beobachtung von Nukleation. Dies ist auch leicht zu erklären, da die TEM-Untersuchungen bereits Versetzungsdichten erfordern, welche z.B. mit Röntgentopographie nicht mehr auflösbar sind.

- (b) Blockierung und Quergleiten: Lässt sich eine Blockierungsrate quantitativ angeben? Ist die 'Reichweite' der führenden Durchstoß-Versetzungssegmente sich ausdehnender Misfitversetzungen wesentlich durch diese Prozesse bzw. durch deren Konkurrenz begrenzt?

So wird die Arbeit von Freund zum Auftreten von Blockieren [Fre90] sehr kontrovers von Schwarz [Sch99] diskutiert mit dem Ergebnis, dass bei den hier untersuchten Proben eigentlich kein Blockieren und Quergleiten auftreten dürfte.

- (c) Multiplikation: Ist auch Quergleiten ein wesentlicher Teilschritt der Multiplikation (in Analogie zum Hagen-Strunk-Mechanismus) ? Wenn ja, wie erfolgt danach Multiplikation ? Ist in der frühen Phase der Relaxation überhaupt Multiplikation nachweisbar und spielt sie eine Rolle bei der Erhöhung des Relaxationsgrades?

3 Experimenteller Teil

3.1 Messmethoden und Apparaturen

Im folgenden werden die verwendeten, aber auch alternative Messmethoden mit ihren Vorzügen und Nachteilen ausführlich beschrieben. Da ein wesentlicher Anteil der Arbeit im Aufbau und der Kalibrierung der verwendeten Apparaturen bestand, werden diese im zweiten Abschnitt ausführlich beschrieben.

3.1.1 Röntgenmethoden

Röntgenbeugungsmethoden eignen sich hervorragend für die Untersuchung der Realstruktur kristalliner Materialien⁸. Sie besitzen eine sehr hohe Empfindlichkeit auf kleine Deformationen innerhalb eines Kristalls. Somit können z.B. weitreichende schwache Verzerrungsfelder von Kristalldefekten charakterisiert werden. Weiterhin kann man Elektronendichteunterschiede in Materialien⁹ untersuchen. So kann man neben Deformationsfeldern zusätzliche Informationen über Form, Größe und räumliche Korrelation von Objekten erhalten. Zum Beispiel können Schichtdicken in heteroepitaktischen Schichtsystemen mit sehr hoher Genauigkeit bestimmt werden.

In dieser Arbeit wurden Schichtsysteme bezüglich ihres Relaxationsverhaltens, der Zusammensetzung und ihrer Dicke untersucht. Bei Röntgenstrahlung mit einer Energie zwischen 8 und 20 keV liegt die entsprechende Wellenlänge im Bereich der Gitterparameter bzw. der Netzebenenabstände des untersuchten Materials.

Der Streuvektor q sei definiert durch:

$$\vec{q} := \vec{k}' - \vec{k}_0 \quad \text{wobei} \quad |\vec{k}'| = |\vec{k}_0| \quad (3.1)$$

⁸ Natürlich lassen sich auch z.B. amorphe Materialien oder Flüssigkeiten mit Röntgenstreuung untersuchen

⁹ Die Wechselwirkung wird durch die orts- und materialabhängige dielektrische Suszeptibilität

beschrieben, wobei $\chi_e(\vec{r}) \propto \rho_e(\vec{r})$. Dieser Zusammenhang gilt allerdings nur für Röntgenenergien weitab von Absorptionskanten

\vec{k}_0 ist der Wellenvektor der einfallenden Planwelle, \vec{k}' der Wellenvektor einer beliebig gestreuten Welle.

Trifft eine ebene monochromatische Welle unter dem Bragg-Winkel auf ein kristallines Material, so summieren sich die Amplituden der gestreuten Teilwellen konstruktiv. Der Vektor \vec{q} zeigt dann auf einen reziproken Gitterpunkt. Die Bedingung für konstruktive Interferenz (Braggbedingung) lässt sich in ihrer vektoriellen Form schreiben als:

$$\vec{q} = \vec{h}_{hkl} \quad (3.2)$$

Abweichend von der Braggbedingung zeigt eine genaue mathematische Behandlung der Beugung an einem perfekten Kristall (Dynamische Theorie), dass die Braggreflexe nicht unendlich schmal sind, wie Gl. 3.2 suggeriert, sondern dass sie eine endliche, intrinsische Breite $\Delta\Theta_{\text{int}}$ (sogenannte Darwin-Breite) besitzen. Aufgrund der geringen Wechselwirkung von Röntgenstrahlung mit Materie beträgt sie, abhängig vom Material, Wellenlänge und Reflex, nur wenige Winkelsekunden. Daher ist es möglich, mit Röntgenbeugung sehr kleine Deformationen ab $\Delta a/a \approx 10^{-5}$ nachzuweisen

Bei einer Wellenlänge $\lambda = 0,154 \text{ nm}$ ($\cong \text{Cu K}\alpha$ -Strahlung) beträgt die Eindringtiefe typischerweise wenige Mikrometer (Braggfall). Damit sind Röntgenbeugungsmethoden für die Untersuchung dünner Schichten bestens geeignet.

In dieser Arbeit wurden Röntgentopographie und die hochauflösende Diffraktometrie verwendet, die im folgenden näher beschrieben werden.

3.1.1.1 Röntgentopographie

Bei der Röntgentopographie wird der Probenkristall so justiert, dass die Braggbedingung für eine bestimmte Netzebenenschar erfüllt ist. Die abgebeugte Strahlung wird auf einem Film, einer Photoplatte oder einem 2-dimensionalen Detektor registriert. Bei einem perfekten Kristall erwartet man eine homogene Ausleuchtung des Detektors. Liegen allerdings Defekte vor, kommt es zu Kontrast auf dem Detektor. Zum Beispiel können weitreichende Verzerrungsfelder von Kristalldefekten abgebildet werden.

Man erhält ein Bild der durch den realen Kristall gebeugten Strahlung im *Ortsraum*, wobei je nach der Versuchsanordnung ein oberflächennahes Volumen, eine dünne Scheibe aus

dem Kristall oder die Projektion eines ausgewählten Volumens des gesamten Kristalls untersucht wird. Bei der Bildentstehung wird lediglich über die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung gemittelt.

Die Topographie liefert Informationen über die Realstruktur eines Kristalls. Sie ist empfindlich auf die durch Kristallfehler hervorgerufenen Deformationen im einem bestimmten Volumen des Kristalls. Obwohl die Namensgebung dies vielleicht impliziert, ist sie prinzipiell keine oberflächensensitive Methode. Durch verschiedene Topographie-Techniken können Informationen über die Defektstruktur (z.B. Versetzungen, Einschlüsse u.ä.) innerhalb eines Kristalls gewonnen werden. Die Tiefe aus der diese Information gewonnen wird, hängt dabei stark von der verwendeten Methode d.h. genauer vom detektierten Volumen ab.

In Abb. 3.1 ist das Prinzip der Röntgentopographie für den Braggfall dargestellt. Die dabei auftretenden, möglichen Kontrastmechanismen werden später erläutert.

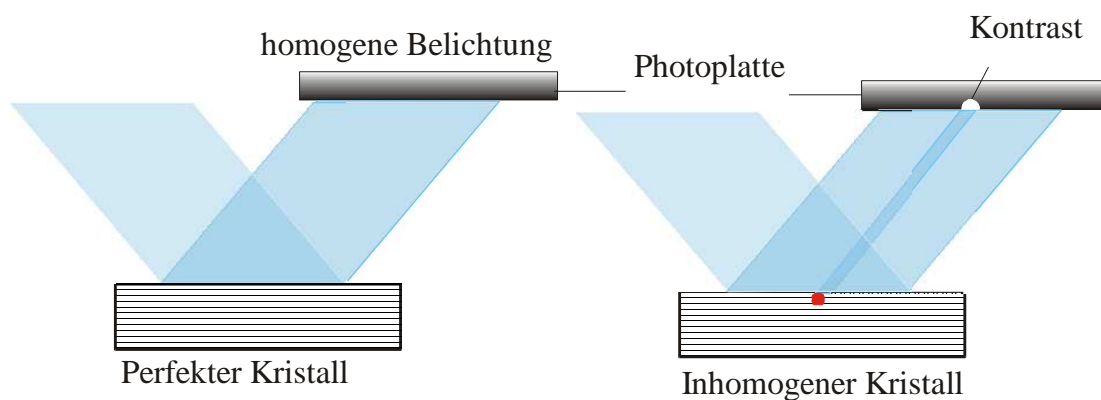


Abb. 3.1 Prinzip der Röntgentopographiemethode für den Braggfall

Die einfallende Strahlung, die für den perfekten Kristall die Braggbedingung erfüllt, erzeugt am rot gekennzeichneten Defekt einen Kontrast. Das Bild des Defektes entsteht in etwa in realen Größe auf der Photoplatte .

3.1.1.2 Röntgendiffraktometrie

Ein wesentlicher Unterschied zur Topographie besteht darin, dass Informationen im reziproken Raum bzw. im Winkelraum erhalten werden und dementsprechend für den Ortsraum interpretiert werden müssen. Mit der Diffraktometrie kann man Gitterparameteränderungen bestimmen und daraus indirekt das Relaxationsverhalten (Einbau von Misfitversetzungen) schließen. Im Unterschied zur Topographie erhält man mit der Diffraktometrie jedoch immer integrale Messungen über einen Probenbereich, der dem ausgeleuchteten Bereich auf der Probe entspricht. Das bedeutet, dass immer gemittelte Größen, wie eine mittlere Versetzungsdichte, gemessen werden.

Die hochauflösende Diffraktometrie ist in der Lage, Gitterparameteränderungen $\Delta a/a$ von etwa 10^{-5} nachzuweisen. Die Untersuchung sehr geringer Relaxationsgrade mit linearen Versetzungsdichten $\rho \leq 10^4 \text{ cm}^{-1}$ ist mit Diffraktometrie nur noch mittels Auswertung der diffusen Streuung an Versetzungen möglich (s.Kap. 4.7).

Die hochauflösende Diffraktometrie und die Röntgentopographie sind komplementäre Methoden, nicht nur im Hinblick auf die Untersuchung von Relaxation durch Versetzungen. Man kann sie durch sogenannte orts aufgelöste Diffraktometrie miteinander verbinden. Dies wird möglich wenn man moderne 2-dimensionale CDD-Detektoren verwendet, so dass für jeden einzelnen erfassten Probenpunkt diffraktometrische Messungen durchgeführt werden können.

3.1.2 Röntgentopographiemethoden

Eine Unterteilung der Topographiemethoden kann je nach der verwendeten Geometrie in Transmissions- und Reflexionsmethoden vorgenommen werden. Die Kontrastentstehung wird genauer in Kapitel 3.1.3 betrachtet.

Die wichtigsten der Methoden werden im folgenden kurz beschrieben:

3.1.2.1 Section-Topographie

Bei der Section-Topographie (Abb. 3.2) wird der Primärstrahl durch einen direkt vor der Probe befindlichen sehr schmalen Spalt (Breite ca. $10\ \mu\text{m}$) eingeeengt. Die Divergenz des Primärstrahls wird so auf etwa 10^{-3} bis 10^{-4} rad begrenzt, so dass lediglich $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -Strahlung gebeugt wird. Der Kristall wird so justiert, dass die Braggbedingung für eine bestimmte Netzebenenschar erfüllt ist. Da die Winkelakzeptanz des Kristalls für $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -Strahlung kleiner als die angebotene Divergenz des einfallenden Strahls ist, erfüllt nur ein Teil der Strahlung die Braggbedingung. Der transmittierte Strahl wird durch einen Primärstrahlfänger eliminiert. Der die Reflexionsbedingung erfüllende Teil breitet sich durch Mehrfachreflexion im sogenannten Borrmannfächer aus. Die Bildentstehung bei der Section-Topographie kann deswegen nur mit Hilfe der dynamischen Beugungstheorie erklärt werden.

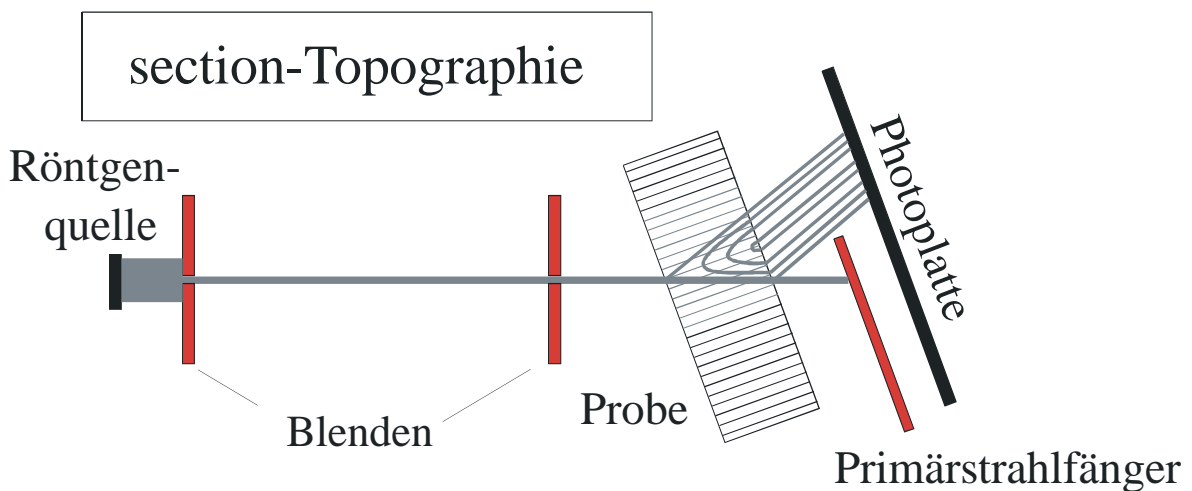


Abb. 3.2 Section-Topographieverfahren Der transmittierte Strahl wird abgeblendet und nur Strahlung aus einem kleinen Probenbereich (innerhalb des Borrmannfächers) wird detektiert

Die beiden im Borrmannfächer interferierenden Felder ergeben das dynamische Bild der Defekte als auch das typische Muster dieser Methode. Ihre Empfindlichkeit ist mit etwa 10^{-6} rad aufgrund der dynamischen Kontrastentstehung außerordentlich hoch. Ein großer Nachteil dieser Methode ist der in eine Richtung stark beschränkte Untersuchungsbereich von maximal 1 mm.

3.1.2.2 Lang-Topographie

Die in Transmissionsgeometrie am häufigsten im Labor verwendete Technik ist die sogenannte Lang-Methode (Abb. 3.3). Sie wurde durch Lang bereits in den 50er Jahren entwickelt [Lan59]. Prinzipiell wird dieselbe geometrische Konfiguration wie bei der Section-Topographie (Abb. 3.2) verwendet. Die von einer Laborröntgenquelle stammende charakteristische Strahlung wird wie bei der Section-Topographie in ihrer Divergenz durch Blenden eingeschränkt, so dass die K_{α} -Dublettaufspaltung ausgeblendet wird. Um größere Proben abzubilden, werden Probe und Film, die meist auf einem gemeinsamen Schlitten montiert sind, simultan bewegt (wobei der Winkel zum Primärstrahl exakt eingehalten werden muss). Durch diese Bewegung wird das bei der Section-Topographie erhaltene Interferenzmuster auf der Photoplate weitgehend zerstört, so dass die hohe Deformationsempfindlichkeit (dynamischer Kontrast) verlorengeht.

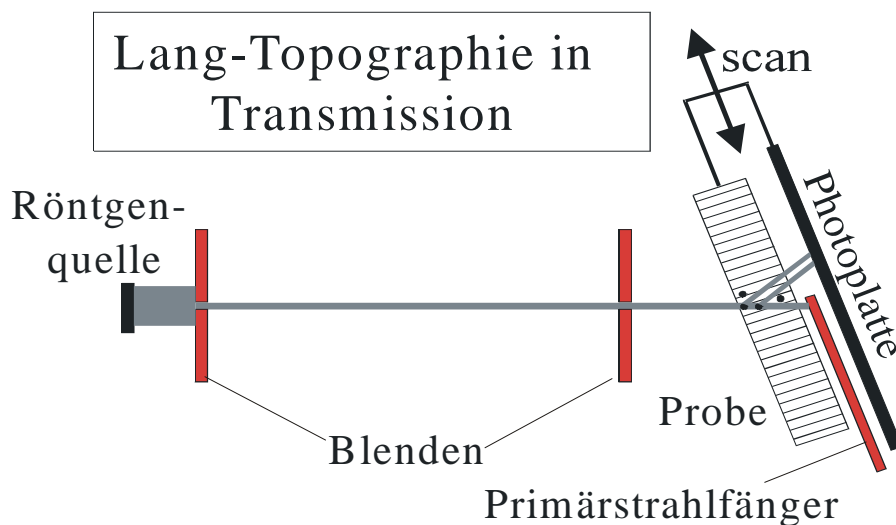


Abb. 3.3 Topographie nach Lang. Nur die Defekte im transmittierten Strahl ergeben bei der Langtopographie Kontrast

Bei der Lang-Topographie dominiert der kinematische Kontrast. Orientierungskontrast tritt bei dieser Technik nicht auf, so dass die Empfindlichkeit für makroskopische Deformationen nur etwa 10^{-3} rad beträgt.

3.1.2.3 Berg-Barrett Technik

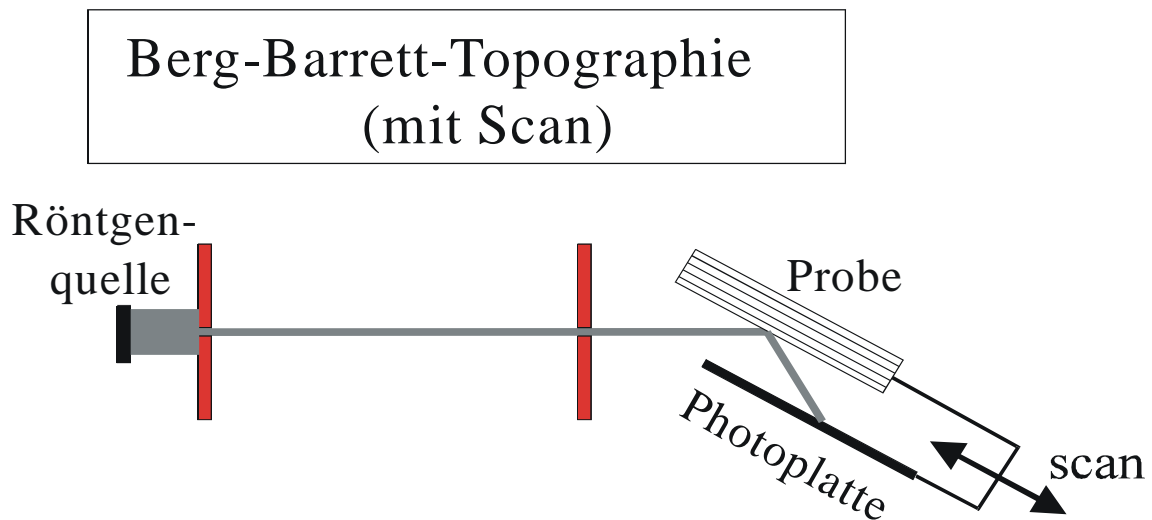


Abb. 3.4 Berg-Barrett Topographiemethode. Heute meist in abgewandelter Form mit einer simultanen Verschiebung von Probe und Detektor

Die eigentlich einfachste Topographietechnik (Abb. 3.4) wird heutzutage kaum noch in ihrer ursprünglichen Form verwendet. Bei der Berg-Barrett-Technik geht ein möglichst breites Parallelstrahlenbündel von der Quelle aus. Es wird meist eine sehr stark asymmetrische Reflexion benutzt, um die Verzerrung des Bildes gering zu halten. Die abgebeugte Strahlung wird auf einem fast direkt auf der Probe liegenden Film abgebildet. Die Schwierigkeit bei dieser Methode besteht darin, nur die reflektierte Strahlung auf dem Film abzubilden und den einfallenden Strahl dabei abzublenden. Ein großer Vorteil dieser Technik ist die relativ geringe Belichtungszeit. Diese Methode wird heute meist in abgewandelter Form mit einem Scan der Photoplatte und der Probe ähnlich der Lang-Technik verwendet.

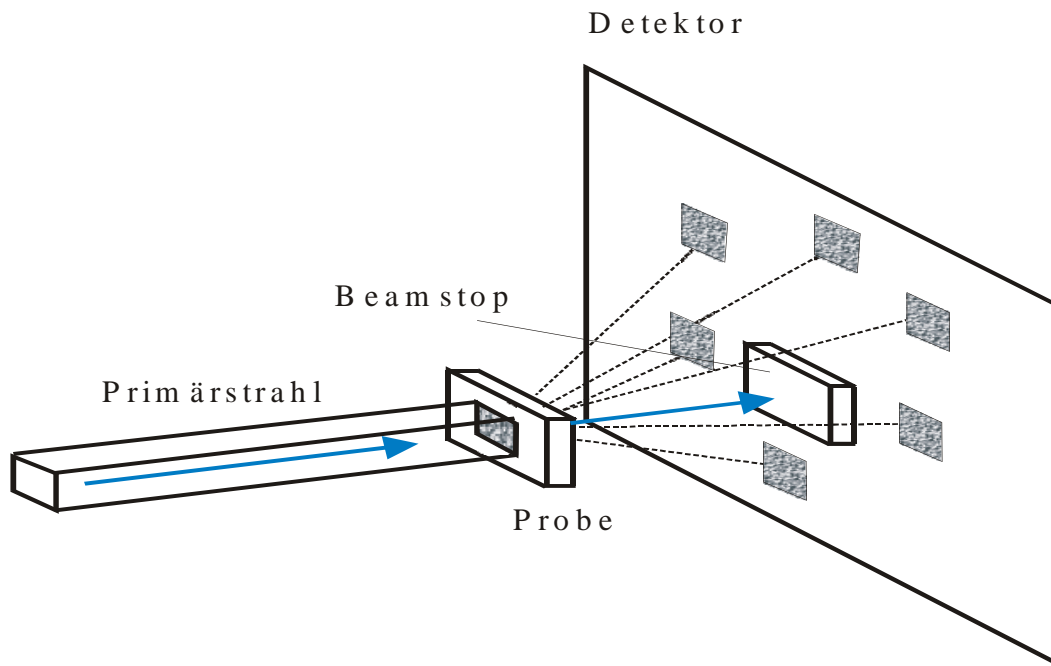


Abb. 3.5 Weissstrahltopographie

Transmissionstechnik mit polychromatischer Strahlung bei der gleichzeitig die an verschiedenen Netzebenen auftretenden Reflexionen (Lauespots) untersucht werden können.

3.1.2.4 Weissstrahltopographie

Die Weissstrahltopographie¹⁰ (Abb. 3.5) wird heute nur noch mit Synchrotronstrahlung benutzt. Sie entspricht der Laue-Technik, wie sie für die Strukturanalyse bzw. zur Orientierungsbestimmung eingesetzt wird. Voraussetzung dieser Methode ist ein großflächiger und intensiver Primärstrahl mit hoher Kollimation. Das im sogenannten Lauemuster auftretende Bild entsteht durch die Integration von Planwellen verschiedener Wellenlängen. Die Probe muss dabei nicht aufwändig justiert werden, und man erhält eine relativ hohe Bildintensität in jenen Lauespots, die niedrig indizierten Netzebenen entsprechen, so dass sie auch zur Echtzeitbeobachtung geeignet ist. Gravierender Nachteil ist jedoch die geringe Empfindlichkeit für schwache Deformation, wie sie z.B. bei Versetzungen in dünnen Heteroepitaxieschichten auftreten. Das Prinzip der Kontrastentstehung entspricht dem der Lang-Topographie. Nachteile sind die große Drift aufgrund der in der Probe absorbierten Strahlung sowie eventuelle Strahlenschäden an der Probe.

¹⁰ Die Namensgebung beruht auf der verwendeten „weißen“ d.h. polychromatischen Strahlung,

3.1.2.5 Zweikristalltopographie

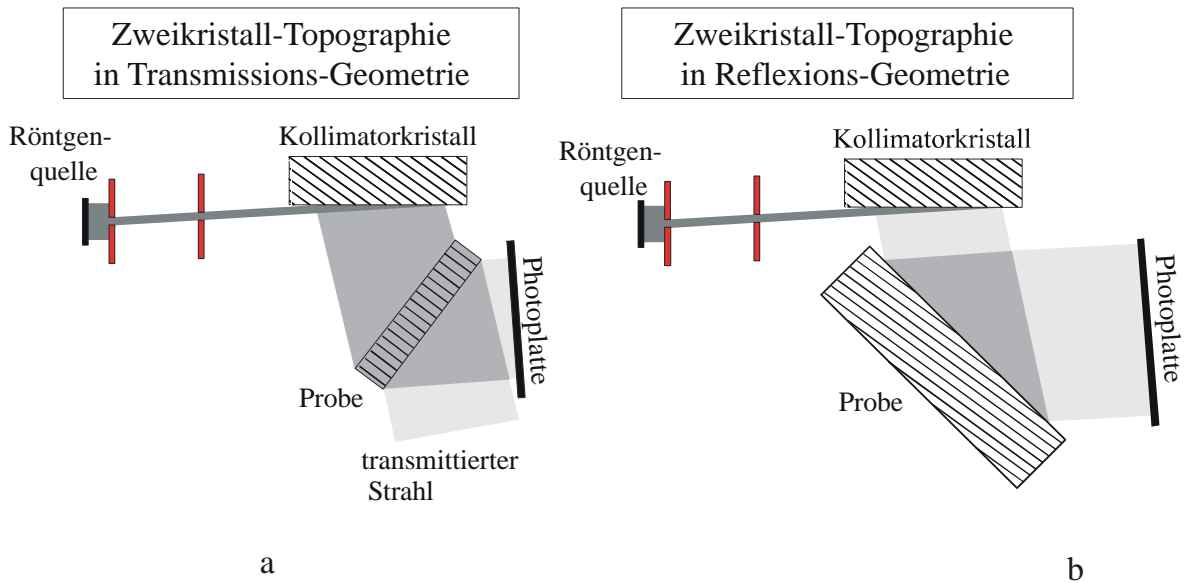


Abb. 3.6 Zweikristalltopographie in Transmission (a) und Reflexion (b)

Durch die Verwendung eines Kristallkollimators kann die Deformationsempfindlichkeit entscheidend erhöht werden. Durch den Kristallkollimator wird die von der Quelle stammende divergente Strahlung zunächst kollimiert und monochromatisiert. Dazu wird ein stark asymmetrischer Reflex verwendet, so dass die Divergenz an der Austrittsseite des Kollimators im Vergleich zum symmetrischen Reflex um den Faktor \sqrt{b} verringert wird, wobei b das sogenannte Asymmetrieverhältnis [Köh94] ist (Abb. 3.7).

$$b = \frac{|\cos \Psi_h|}{\cos \Psi_0} \quad (3.3)$$

Dies ergibt beispielsweise für den im Labor ($\lambda = 0,154 \text{ nm}$) verwendeten Si-044-Kollimator bei einem Einfallsglanzwinkel von $1,5^\circ$ ($b \approx 36,7$) eine Verringerung der Divergenz um den Faktor $\sqrt{b} \approx 6$.

Die Intensität (pro Flächeneinheit) sinkt zwar ebenfalls um \sqrt{b} , jedoch kann eine um den Faktor b größere Fläche beleuchtet werden, was für die Topographie wichtig ist, weil so große Teile der Probe ohne Rasterung simultan erfasst werden können. Die extrem hohe Asymmetrie stellt allerdings sehr hohe Anforderungen an die Oberflächenqualität des Kristallkollimators.

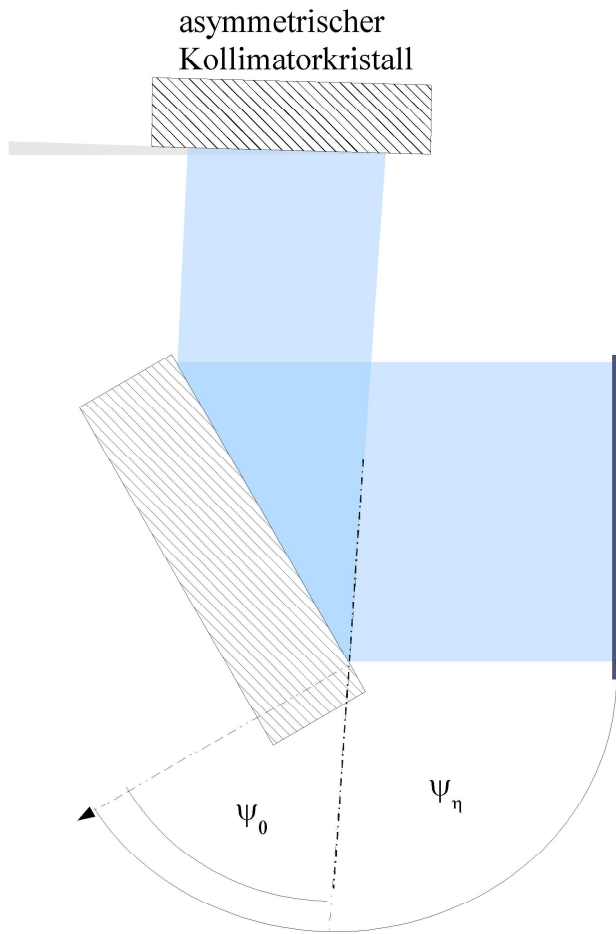


Abb. 3.7 Prinzip der Zweikristalltopographie mit asymmetrischem Kollimatkristall

Zusammenfassend lässt sich sagen:

Hinter dem Kollimator entsteht ein großflächiger monochromatischer Nutzstrahl mit hoher Kollimation.

Die Zweikristalltopographie kann in Transmissions- und Reflexionsgeometrie (s. Abb.3.6) verwendet werden. Ein Vorteil der Zweikristalltopographie in Reflexion für die Untersuchung dünner Schichten soll hier noch erwähnt werden. In Reflexionsgeometrie dringt die

Strahlung nur bis zu einer bestimmten Tiefe in den Kristall ein. Damit ist es möglich das überwiegende Volumen des Substrates, welches sich störend auswirken kann, „auszublen-den“.

3.1.2.6 Auflösung

Die Kontraste von Versetzungen, die mit Topographie erhalten werden, sind mit einer Ausdehnung von 1- 10 μm etwa 2 bis 3 Größenordnungen breiter als bei der Elektronenmikroskopie. Somit wird die bei der Topographie auflösbare lineare Versetzungsdichte ρ auf 10^4 cm^{-1} nach oben begrenzt.

Bei Auflösungsbetrachtungen müssen immer Dispersionseffekte mitberücksichtigt werden. Gemäß der Braggbedingung führt ein endliches Wellenlängenband $\Delta\lambda$ zu einer entsprechenden Winkelverbreiterung $\Delta\Theta$ und damit zu einer Verschlechterung der Winkelauflösung. Dieser unerwünschte Effekt wird durch die Verwendung der sogenannten nichtdispersiven Anordnung unterbunden. Stimmen die Beugungswinkel an Kollimator und Probe exakt überein¹¹, so werden alle vom Kollimator angebotenen Wellenlängen gleichzeitig von der Probe durchgelassen, d.h. es liegt keine 'dispersive' Verbreiterung vor. Entsprechend der gleichen Beugungswinkel und dem entgegengesetzten Richtungssinn spricht man auch von einer (n,-n)-Geometrie oder auch von einer 'nichtdispersiven' Anordnung. Weichen dagegen die Braggwinkel ab ((n,-m)-Geometrie), kommt es entsprechend der Beziehung

$$\Delta\Theta_{disp} = (\tan\Theta_1 - \tan\Theta_2) \Delta\lambda/\lambda \quad (3.4)$$

zu einer Winkelverbreiterung. Weichen die Braggwinkel Θ_1 und Θ_2 von Kollimator und Probe nur wenig voneinander ab, so ist die dispersive Verbreiterung allerdings sehr gering, weshalb man auch von einer 'quasi-nichtdispersiven' Anordnung spricht. Zum Beispiel erhält man bei einem Si-333 Kollimator ($\Theta_1 = 47,4^\circ$) und einer 224-Probenreflexion ($\Theta_2 = 44^\circ$) eine dispersive Verbreiterung von $\Delta\theta = 7,6$ Winkelsekunden für $\Delta\lambda/\lambda = 3 \cdot 10^{-4}$ (Breite der $\text{CuK}_{\alpha 1}$ -Linie)

Auch bei der sogenannten nichtdispersiven Anordnung ist die Dispersion durch die endlich Breite der $\text{Cu K}_{\alpha 1}$ -Linie nicht zu vernachlässigen, d.h. die verschiedenen Wellenlängen

¹¹ In entgegengesetztem Richtungssinn der Beugung

laufen von der Probe zum Detektor hin auseinander. Wird z.B. der 224-Reflex genutzt ergibt sich eine Bildverbreiterung von $3\mu\text{m}$ pro cm Abstand Probe-Detektor.

Bei Synchrotronexperimenten ist die dispersive Verbreiterung aufgrund der hohen Kollimation des Nutzstrahls¹² vernachlässigbar klein. Die lokale Wellenlängenbandbreite $\Delta\lambda/\lambda$ ergibt sich aus der Dispersion am Monochromatorkristall und der vom Monochromator eingangsseitig akzeptierten Divergenz. Daher kann auch dispersive (n,-m)- Anordnung , wie in Kap.3.1.9.3 beschrieben, verwendet werden. Außerdem kann ein größerer Abstand Probe-Detektor gewählt werden. Bei Experimenten mit Laborquellen wählt man diesen Abstand etwa so, dass die dispersive Verbreiterung in etwa der Auflösung des Detektors entspricht. Bei obigem Beispiel würde man für Ilford L4-Platten einen Abstand von unter 1cm wählen um das Punktauflösungsvermögen der Emulsion von etwa 1-3 μm auszunutzen.

12 An der für die Synchrotopographie verwendeten Beamline ID19 des ESRF beträgt die effektive vertikale Quellengröße nur 120 μm und der Abstand zur Quelle etwa 145 m, so dass die dispersive Verbreiterung für einen ausgewählten Probenpunkt nur etwa $\Delta\Theta_{disp} \approx 10^{-6}$ rad beträgt und somit etwa 2 Größenordnungen kleiner als bei Laborexperimenten ausfällt

3.1.2.7 Krümmbarer Kollimatorkristall

Aufgrund ihrer Vorteile bei der Untersuchung dünner Schichten wurde in dieser Arbeit ausschließlich die Zweikristalltopographie in Reflexion verwendet.

Verspannte epitaktische Proben weisen in der Regel eine entsprechende Probenkrümmung auf. Diese Krümmung¹³ stört aber bei den empfindlichen Zweikristalltechniken, da so nur ein schmaler Streifen der Proben die Bragg-Bedingung erfüllt und deswegen die Photoplatte nur teilweise ausgeleuchtet wird (s. Abb. 3.8 a)

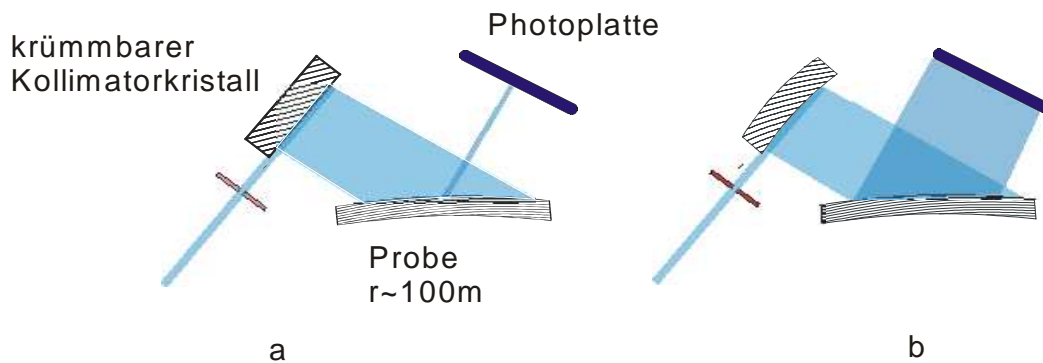


Abb. 3.8 Prinzip der Zweikristall-Topographiekamera mit krümmbarem Kollimatorkristall [JKM88]

a: Zweikristallanordnung mit ungekrümmten asymmetrischem Kollimator. Braggbedingung ist dabei nur in einem kleinen Probenbereich erfüllt.

b: Zweikristallanordnung mit einem Kollimatorkristall, dessen Krümmung an die der Probe angepasst ist. Die gesamte Probe wird ausgeleuchtet.

Bei den Röntgenexperimenten im Labor sowie am Synchrotron wurde eine in unserer Arbeitsgruppe entwickelte spezielle Zweikristalltechnik [JKM88] eingesetzt, die es erlaubt, die Krümmung des Kollimatorkristalls an die der Probe anzupassen. Passt man die Krümmung des Kollimators an die der Probe an, so erfüllt die Strahlung lokal in jedem Punkt der Probe die Braggbedingung, und die gesamte Probenfläche kann untersucht werden (Abb. 3.8 b).

¹³ Auch mechanische Beanspruchung wirkt sich störend aus z.B. das Aufkleben von Proben

3.1.3 Kontrastentstehung

Bei der Entstehung von Kontrast sind folgende Mechanismen zu unterscheiden:

- Orientierungskontrast
- Beugungskontrast
- Strukturfaktorkontrast

Eine exakte Abgrenzung der Mechanismen ist schwierig, da die korrekte theoretische Beschreibung für die Kontrastentstehung nur durch konsequente Anwendung der dynamischen Theorie möglich ist. Im Rahmen von Näherungen kann man jedoch durchaus eine Einteilung vornehmen.

Der für die Kontrastentstehung maßgebliche Parameter ist die effektive Fehlorientierung (zum Braggwinkel):

$$\delta \Theta(\vec{r}) = (|h| \cos \Theta_B)^{-1} \frac{\partial}{\partial s_h} [\vec{h} \cdot \vec{u}(\vec{r})] \quad (3.5)$$

Hier sind \mathbf{u} das Verschiebungsfeld, \mathbf{h} der Beugungsvektor, Θ_B der Beugungswinkel und $\frac{\partial}{\partial s_h}$ ist die Richtungsableitung in Richtung des gebeugten Strahls (s_h Einheitsvektor in Richtung \vec{k}_h).

Mit Hilfe dieser Größe ist es möglich unter Zuhilfenahme von Näherungen den Kontrast quantitativ zu beschreiben

Im folgende sollen Kontrastmechanismen nur kurz erklärt werden, da in dieser Arbeit keine speziellen Kontrastbetrachtungen durchgeführt wurden.

3.1.3.1 Beugungskontrast

Der Beugungskontrast (dynamischer Kontrast) ist generell immer vorhanden, spielt jedoch nur eine Rolle wenn die Ausdehnung des durch Defekte hervorgerufenen Deformations-

feldes in die Größenordnung der Pendellösungslänge kommt. Diese Phänomene können nur exakt mit Hilfe der dynamischen Beugungstheorie beschrieben werden.

Der Beugungskontrast (dynamischer Kontrast) umfasst prinzipiell alle genannten Kontrastmechanismen. Er ist dadurch charakterisiert, dass verschiedene Wellenfelder interferieren. Daher ist es üblich von dynamischem Kontrast zu sprechen, wenn diese Interferenzerscheinungen deutlich hervortreten. Dies ist nicht der Fall, wenn das Deformationsfeld sich sehr schnell¹⁴ oder sehr langsam mit dem Ort ändert. Die Grenzfälle lassen sich bequemer als kinematischer bzw. als Orientierungskontrast beschreiben. Auf die Grenzen der Gültigkeit der jeweiligen Näherung wird in den folgenden Abschnitten näher hingewiesen.

Für die Berechnung des Beugungskontrastes muss die dynamische Theorie herangezogen werden. Wesentliche Punkte werden im folgenden qualitativ diskutiert.

Fällt in einen Kristall eine ebene Welle ein, werden im Kristall je Polarisationsrichtung ein (Braggfall) bzw. zwei (Lauefall) Blochwellen angeregt, die sich in bestimmten Richtungen innerhalb des sogenannten Borrmannfächers, d.h. zwischen der Richtung des einfallenden und des reflektierten Strahls ausbreiten.

Bei lokal schnell veränderlichen Deformationsfeldern kommt es zur sogenannten 'interbranch' bzw. 'intrabranch'-Streuung. Im Fall eines planaren Defekts (z.B. Stapelfehler) entstehen aus einer Blochwelle zwei neue. Sowohl die Phasenverschiebung durch die Strahlwegänderung, als auch die neu erzeugten Wellenfelder führen zu sehr komplexen und ausgedehnten Interferenzerscheinungen.

Die Kontraste können bei Kenntnis der effektiven Fehlorientierung (Gl. 3.5) durch Simulation mittels des Takagi-Taupin-Formalismus [Tak69] berechnet werden. Die Kontraste von Misfitversetzungen in Reflexionsgeometrie sind z.B. für InGaAs/GaAs von Spirkel [STW94] berechnet worden

¹⁴ In diesem Fall muss zusätzlich eine große Abweichung des transmittierten Strahls von der Braggbedingung vorliegen (s. nächster Abschnitt)

3.1.3.2 Kinematischer Kontrast

Dieser Kontrast tritt immer dann auf, wenn ein Arbeitspunkt (s. nächster Abschnitt) im Ausläufer der Rockingkurve¹⁵ gewählt wird. Dabei reflektiert der perfekte Teil der Probe nur sehr schwach, wogegen lokal stark deformierte Bereich (z.B. in Defektnähe) die Braggbedingung erfüllen. Die von diesen Bereichen ausgehende reflektierte Strahlung erfüllt wiederum im perfekten Kristall die Braggbedingung nicht, und unterliegt damit praktisch nur der Wechselwirkung durch Absorption. Die kinematische Näherung ist berechtigt, wenn der die Braggbedingung erfüllende Bereich sehr klein gegenüber der Extinktionslänge ist.

3.1.3.3 Orientierungskontrast

Ändert sich die Deformation im Kristall hinreichend langsam, d.h. die effektive Braggwinkeländerung beträgt über eine Strecke von der Größenordnung der Extinktionslänge wesentlich weniger als die Halbwertsbreite der Rockingkurve, so kann der Kristall als lokal perfekt angesehen werden.

Bei Erfüllung der Näherung des lokal perfekten Kristalls kann die lokale Intensität direkt aus der Braggwinkeländerung d.h. der Verschiebung des Arbeitspunktes auf der Rockingkurve abgelesen werden.

In diesem Zusammenhang soll der Begriff „Arbeitspunkt“ näher erläutert werden. Um eine sehr hohe Empfindlichkeit zu erreichen wird, wird ein Beugungswinkel eingestellt, der in der Flanke der Reflexionskurve liegt. Damit führt jede Änderung im Winkel Θ zu einer starken Variation im Reflexionsvermögen und damit zu einer Deformationsempfindlichkeit, die die intrinsische Breite der Reflexion um eine Größenordnung unterschreiten kann. Es hat sich als günstig erwiesen, die Kleinwinkelseite der Braggreflexion am Punkt ihres größten Anstiegs bei etwa 60% des maximalen Reflexionsvermögens als Arbeitspunkt zu benutzen.

¹⁵ Als Rockingkurve wird die gemessene Reflexionskurve oder eine Simulation bezeichnet, welche die apparativen Einflüsse (vertikale Divergenz und Dispersion) berücksichtigt

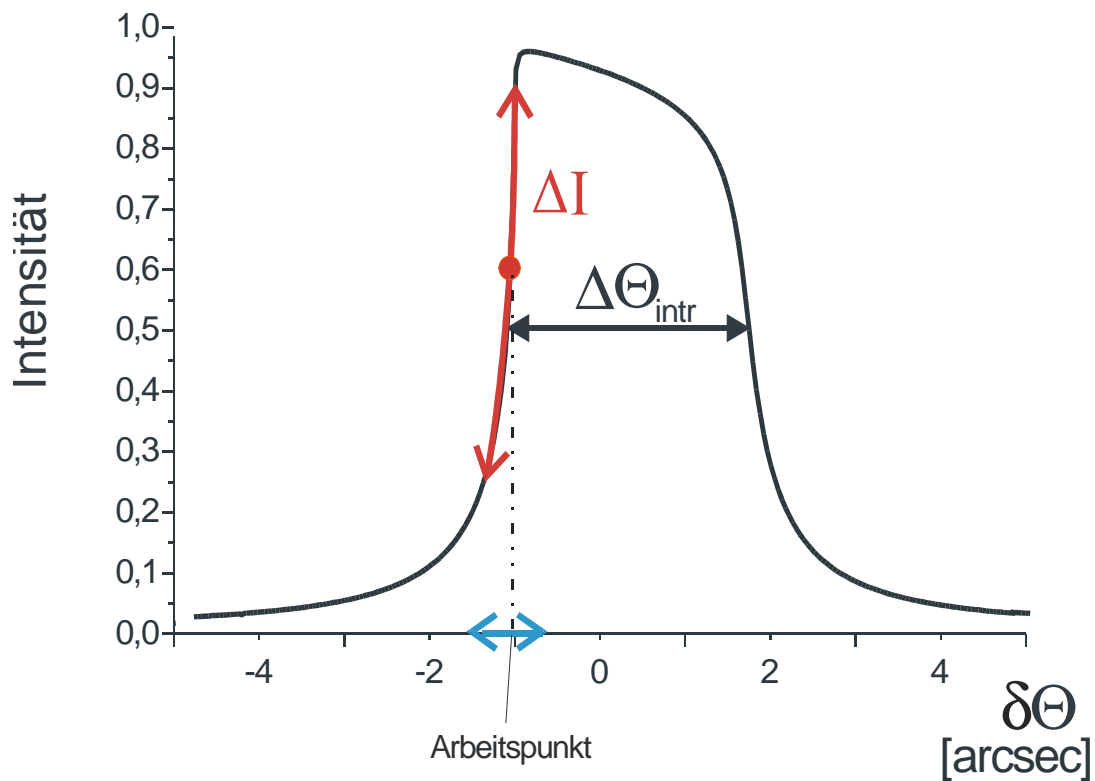


Abb. 3.9 Die Reflexionskurve des Si 224-Reflexes ($\text{CuK}_{\alpha 1}$ -Strahlung) hat etwa eine intrinsische Breite von 2,7 Winkelsekunden. Da die Flanke aber sehr steil ist, variiert die Intensität bei einer Winkeländerung von Bruchteilen einer Winkelsekunde fast über den gesamten Intensitätsbereich

Man kann für kleine Deformationen die sogenannte Kontrastfunktion definieren, die direkt aus der Rockingkurve R und der Braggwinkelabweichung $\delta\Theta(\vec{r})$ hervorgeht:

$$C(\delta\Theta(\vec{r})) = R(\delta\Theta(\vec{r}))^{-1} \frac{dR(\delta\Theta(\vec{r}))}{d\delta\Theta} \quad (3.6)$$

R ist die Reflektivität in Abhängigkeit von der Winkelabweichung vom Braggwinkel (s. Gl. 3.5) bzw. die gemessene Rockingkurve der Probe. Die Steilheit der Flanke der Reflexionskurve (am Arbeitspunkt) ist somit entscheidend für den resultierenden Kontrast.

Das Spannungsfeld aufgrund der Fehlanpassung der Schicht wird in der Umgebung einer Misfitversetzung beeinflusst. Eine Versetzung an der Grenzfläche zwischen Substrat und Schicht verursacht weitreichende Gitterdeformationen in Schicht und Substrat. Der Sub-

stratreflex weist jedoch eine höhere Intensität als auch eine um 2 Größenordnungen größere Flankensteilheit auf, die mit dem beschriebenen Mechanismus zu einem Kontrast führt. Bei allen Untersuchungen wurde daher der Substratreflex verwendet. Der Orientierungskontrast ist damit der wesentliche Mechanismus bei der Abbildung von Misfitversetzungen.

3.1.3.4 Strukturfaktorkontrast

Die Intensität der gebeugten Strahlung hängt vom Streuwinkel bzw. dem Streuvermögen der Streuzentren ab. Die Streuintensität I für eine gegebene Elementarzelle kann durch die Strukturamplitude F_h beschrieben werden¹⁶.

Es gilt : $I \propto |F_h|^2$ $|F_h|^2$: *Strukturfaktor*

$$F_h = \sum_l f_l e^{-i(\vec{h} \cdot \vec{r}_l)} \quad (3.7)$$

Die Summation in 3.7 erfolgt über alle Atome l der Elementarzelle. Hierbei ist \vec{r}_l Ort des Atoms l in der Elementarzelle. f_l ist die Atomformamplitude des Atoms l ergibt sich aus:

$$f_l = \int \rho_l(\vec{r}) e^{-i\vec{h} \cdot \vec{r}} d^3 r \quad (3.8)$$

r : interatomare Koordinate, ρ_l Elektronendichte des Atoms l . Integration über den gesamten Ortsraum

Die Strukturamplituden gehen in die dynamische Beugungstheorie über die Fourierkomponenten χ_h in die materialabhängige dielektrische Suszeptibilität ein.

$$\chi(\vec{r}) = \sum_h \chi_h e^{-i\vec{h} \cdot \vec{r}} \quad (3.9)$$

wobei:

¹⁶ Bei der Beschreibung von Strukturfaktorkontrast kommen zwei wesentliche Näherungen zum Einsatz:

(a) Gültigkeit der kinematischen Theorie (b) Alle Kontrastbetrachtungen gelten nur weitab von Absorptionskanten

$$\chi_h = -\frac{r_e \lambda^2}{\pi V} F_h \quad (3.10)$$

V ist das Volumen der Elementarzelle, λ die Wellenlänge, r_e der klassische Elektronenradius. Existieren Gebiete mit verschiedenem Strukturfaktor, so sind diese durch Topographie detektierbar (z.B. Einschlüsse von unterschiedlichen Materialien).

3.1.4 Synchrotronofen

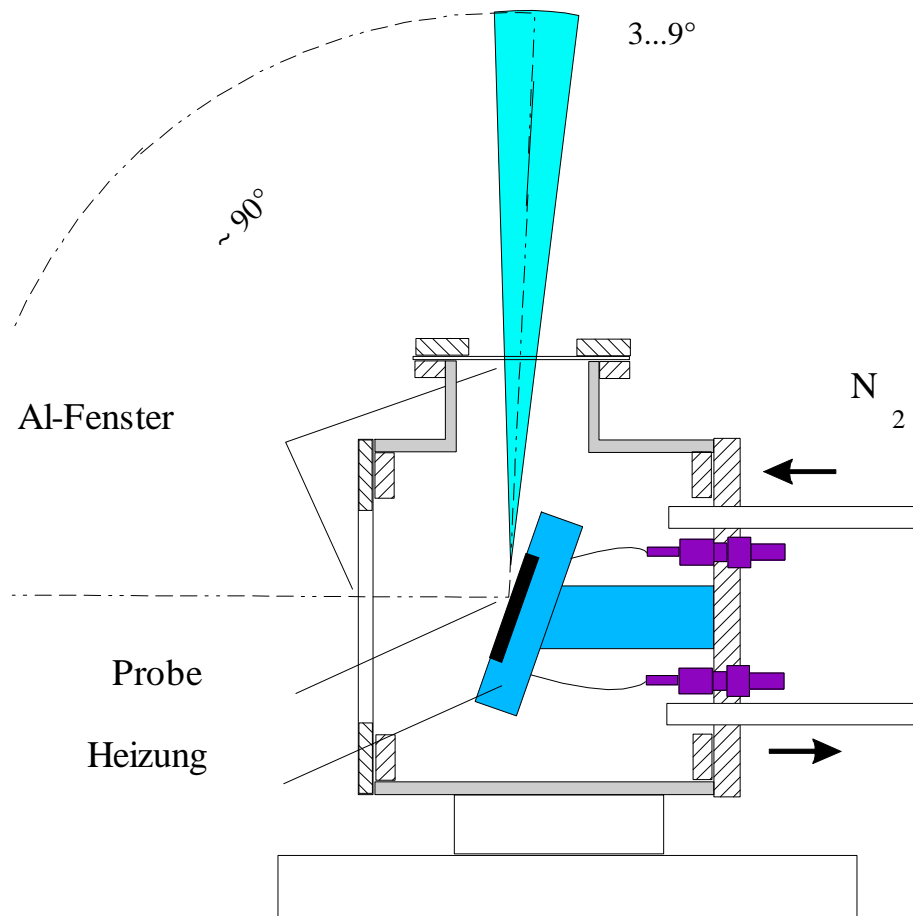


Abb. 3.10 Aufbau des Ofens für die Synchrotrontopographie

Für die Synchrotronexperimente wurde nach unseren Vorgaben (Probengröße, Einfallsglanzwinkel, Beugungswinkel) ein kommerzieller Probenofen (Abb. 3.10) entwickelt und beschafft, der die Beobachtung des Versetzungsgleitens ermöglichen sollte. Eine wichtige Voraussetzung war das sehr geringe Gewicht des Ofens (etwa 500 g), welches die Verwendung des Probenhalters der Labortopographiekamera erlaubte. Dabei war bei einem so geringen Gewicht des Ofens keine sehr gute thermische Stabilität zu erwarten, weshalb eine Regelung der Leistung vorgesehen wurde.

Die Konstruktion erlaubt Einfallsglanzwinkel zwischen 3 und 9° sowie Beugungswinkel nahe 45° (siehe Abb. 3.10). Die Oxidation der Probenoberfläche wird durch Spülen mit

Stickstoff verringert. Als Wärmequelle dient ein Widerstandsheizdraht, welcher eine Heizleistung bis etwa 200 Watt ermöglicht. Damit kann eine Temperatur bis zu 700 °C an der Probe erreicht werden.

Mit Hilfe einer Justagekamera konnte die Topogrammausleuchtung während der Temperung beobachtet werden. Die für einen manuell eingestellten Arbeitspunkt des Topogramms notwendigen Nachregelschritte betrugen etwa 10 Winkelsekunden, was in etwa der Halbwertsbreite der Rockingkurve entspricht. Außerdem konnte in der ersten Konfiguration des Ofens ein Temperaturgradient von über 20 K über die Probe nachgewiesen werden. Nach der ersten Messzeit wurde von uns ein Umbau des Ofens vorgenommen. Die oben genannten Mängel wurden beseitigt. Für die weiteren Messungen konnte nun von einer guten mechanischen Stabilität des Probenhalters und einem verringerten Temperaturgradienten über die Probe (jetzt unter 5 K s.u.) ausgegangen werden. Das Nachregeln zwischen den Belichtungen des Synchrotronexperimentes beschränkte sich nun auf einen Winkel unterhalb einer Winkelsekunde.

Der eigentliche Probenhalter mit der darin befindlichen Heizung ist in Abb. 3.11 dargestellt.

Über dem Widerstandsdraht befindet sich eine Platte aus Bornitrid. Darüber liegt eine 1.5 mm dicke Siliziumplatte, die der Verbesserung der lateralen Temperaturkonstanz dient. Auf der Unterseite der Silizium-Platte befindet sich ein 0.5 mm dickes Mantelthermoelement vom Typ K zur Messung der Proben temperatur und der Regelung der Heizleistung.

Die benötigte Heizleistung wird einem steuerbaren Netzteil entnommen. Die Temperaturregelung erfolgt mit einem PID-Programmregler. Die Aufheizzeit beträgt für eine Temperatur von 500 °C etwa 2,5 min. Es wird eine gute Temperaturkonstanz am Messthermoelement von unter 0,5 K erreicht.

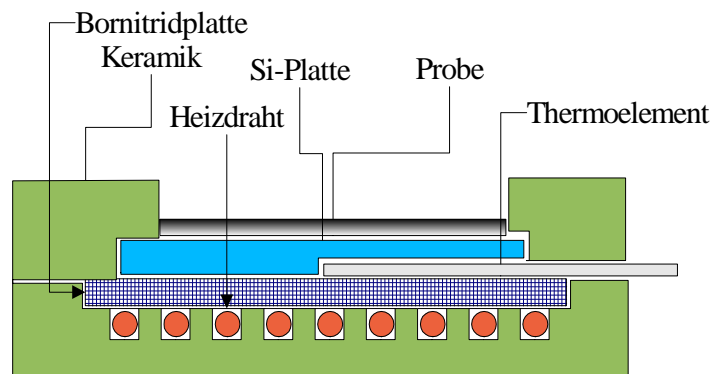


Abb. 3.11 Probenhalter mit Widerstandsheizung

Die Kalibrierung des Ofens ist im Hinblick auf die Genauigkeit der Messung der Gleitgeschwindigkeit von Versetzungen essentiell. Aufgrund der Lage des Thermoelements war ein großer Temperaturoffset zur Probentemperatur zu erwarten. Normale Kalibrierungsmethoden waren für diesen Ofen leider nicht einsetzbar. Daher erfolgte die Eichung des Ofens röntgenographisch mit einem Quarzplättchen. Dazu dient der Phasenübergang zwischen den Modifikationen von Quarz (α bzw. β -Quarz) bei 576 °C [RÖS81]. Die Methode verändert die Reflexionseigenschaften innerhalb des Ofens nur minimal. Das Plättchen hat im Vergleich mit der Probe nur eine geringe Wärmekapazität.

Es wurde ein Reflex gewählt, der einen Beugungswinkel um 45° und einen deutlichen Strukturfaktorunterschied zwischen Tieftemperatur- und Hochtemperaturquarz aufweist. Die Rockingkurven des $03\bar{3}3$ -Reflexes wurden bei verschiedenen Temperaturen um den erwarteten Fixpunkt aufgenommen. Dabei wurde ein Intensitätsunterschied des Reflexes zwischen den Phasen und eine leichte Verschiebung durch die Gitterparameteränderung beim Übergang zum Hochtemperaturquarz erwartet.

Da über die Detektorfläche gemittelt wird, erhält man zusätzliche Informationen über die laterale Temperaturkonstanz auf der Probenoberfläche aus dem Übergangsbereich in der Nähe des Phasenübergangs. Die Messungen konnten nach einmaliger Justage mehrfach wiederholt werden, da der Phasenübergang reversibel ist und nur eine Intensitätsveringerung durch die Ausbildung von Domänengrenzen auftritt.

Der Phasenübergang ist in der Abbildung Abb. 3.12 durch eine horizontale rote Linie hervorgehoben. Ein deutliche Braggwinkelsprung von etwa 400 Bogensekunden (durch verti-

kale Linien im Maximum der Reflexe gekennzeichnet) sowie der starke Intensitätsunterschied (etwa Faktor 3) des Reflexes bei der gemessenen Temperatur von etwa 595 °C ist erkennbar. Der gemessene Offset beträgt somit 19 K.

Die Verbreiterung des Reflexes als auch der Übergangsbereich kann auf Temperaturinhomogenität zurückgeführt werden, da ein Phasenübergang erster Ordnung vorliegt. Der Übergangsbereich zwischen dem Verschwinden des einen und dem Nachweis des „verschobenen“ Reflexes kann als Temperaturgradient (ca. 3 K) über die Probe gedeutet werden.

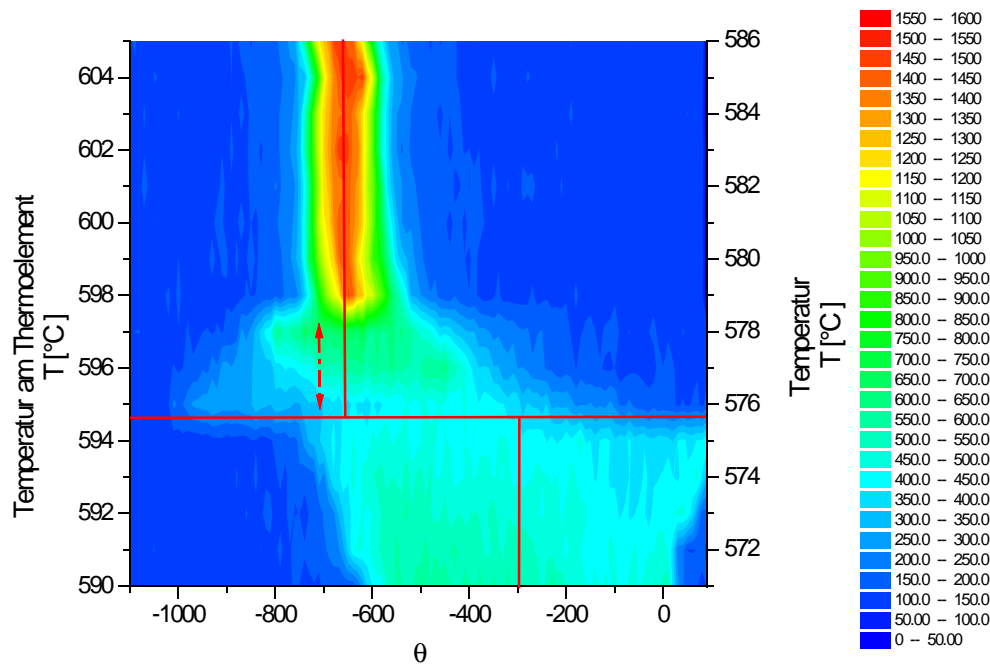


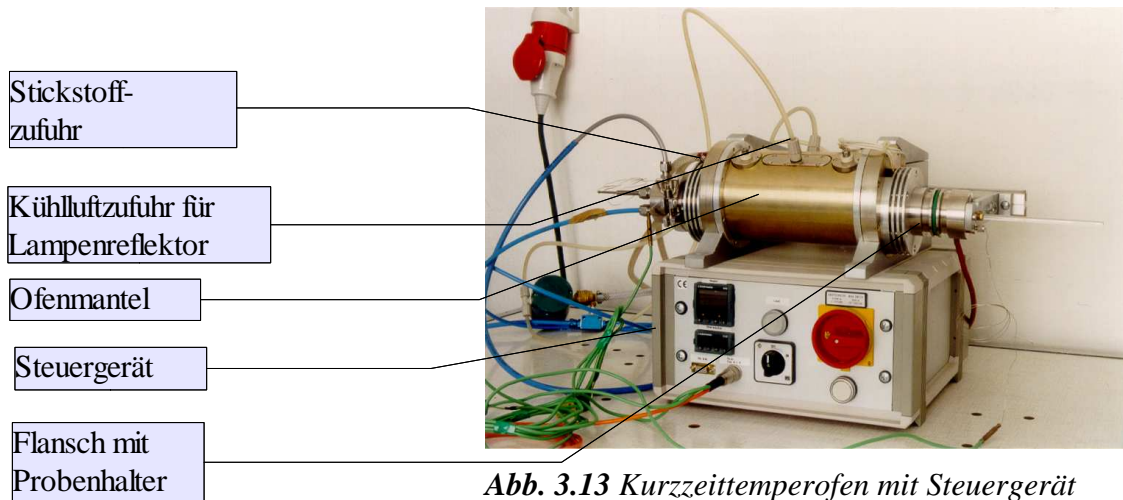
Abb. 3.12 Ofeneichung mit Hilfe des Übergangs zwischen Tief- und Hochtemperatur-Quarz durch einfaches Braggwinkelmapping. Da nicht der Gitterparameterunterschied bestimmt wurde ist der Nullpunkt der Winkelachse beliebig gewählt worden.

Der Phasenübergang findet bei einer gemessenen Temperatur von etwa 595°C statt. Dies ergibt einen Offset zur Proben temperatur von 19K. Mit dem senkrechten Pfeil wird der Übergangsbereich von etwa 3K gekennzeichnet. Die Braggwinkelverschiebung beträgt fast 400 Winkelsekunden

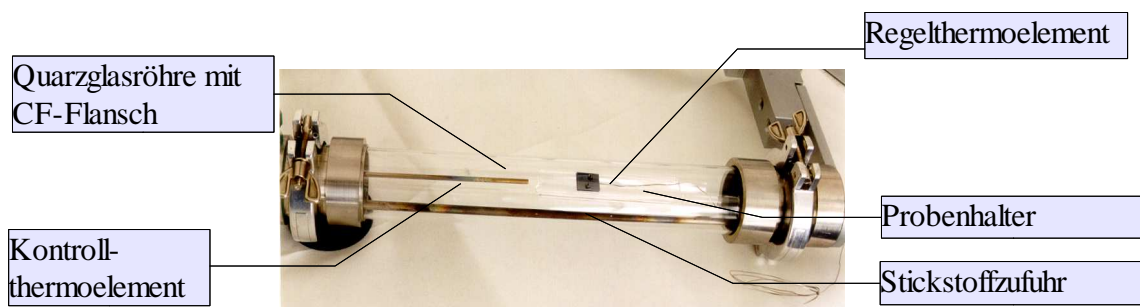
3.1.5 Temperofen für Kurzzeitemperaturen

Für das **Rapid-Thermal-Annealing** werden im allgemeinen industrielle Anlagen, die meist für ganze Wafer ausgelegt und dementsprechend kostenintensiv sind, verwendet. Für die Laborexperimente wurde ein Ofen benötigt, der in der Lage war, die 15x15 mm² Probe in einer sehr geringen Zeit (ca. 10-15 Sekunden) auf die benötigte Temperatur im Bereich zwischen 500 und 650 °C zu erhitzen. Dies ist notwendig, damit die Temperzeiten im einstelligen Minutenbereich mit genügender Genauigkeit eingehalten und nicht durch Aufheiz- und Abkühlphase beeinträchtigt werden. Ein solcher Ofen wurde in Zusammenarbeit mit der Firma HTM Berlin entwickelt.

Der Ofenkörper besteht aus einem zylindrischen Metallmantel dessen Innenseite mit einer Reflexionschicht aus Gold versehen ist. Im Inneren des Hohlzylinders befindet sich das Probenrohr sowie parallel dazu zwei kurzwellige Zwillingsrohr-IR-Strahler ZB 900/120G mit Goldreflektor von der Fa. Heraeus. Deren Brennpunkt befindet sich etwa 5 mm unterhalb der Probenebene. Die IR-Strahler werden zusätzlich zur Wasserkühlung des Mantels mittels Luftstrom an der Reflektorseite gekühlt. Das Probenrohr besteht aus Quarzglas und wird mit trockenem Stickstoff gespült. Weiterhin ist die Möglichkeit vorgesehen, das Probenrohr mit einer Vakuumpumpe zu evakuieren. Nach unseren Erfahrungen ist es jedoch ausreichend unter Stickstofffluss (trockener Stickstoff Klasse 4.0) zu tempern.



In einem der Flansche befindet sich die Stickstoffzuführung und -abführung sowie ein Kontrollthermoelement. Im zweiten Flansch ist zentrisch eine flache Quarzglasauflage befestigt, neben der das Messthermoelement durchgeführt ist. Dieser Flansch ist an einer Rollenführung befestigt und ermöglicht so durch gemeinsames Verschieben von Flansch, Probenhalter und Probe einen leichten Probenwechsel. Um probenähnliche Bedingungen am Messthermoelement zu gewährleisten, wurde ein 0,5 mm K-Typ-Mantelthermoelement zwischen zwei sehr dünnen Siliziumplättchen eingebettet. Dieses befindet sich in unmittelbarer Nähe zur Probe.



Die Leistungssteuerung sowie die Stromversorgung befinden sich in einer separaten Steuereinheit. Über eine serielle Schnittstelle wurde die aktuelle Temperatur des Messthermo-

elementes ausgelesen. Als großes Problem erwies sich die Bestimmung der Absoluttemperatur der Probe. Bei industriellen Strahlungsöfen wird dafür meist ein Differentialpyrometer verwendet, das den Einfluss von Fensterreflexion und -absorption sowie des Absorptionskoeffizienten der Probe berücksichtigt. Ein solches Pyrometer stand im Projekt leider nicht zur Verfügung. Die räumliche Temperaturkonstanz lag bei unter 5 K pro mm Abstand zum Strahler. Der Temperaturfehler bei einer axialen Verschiebung der Probe lag unter 1 K/cm Verschiebung, wenn man nur den Bereich des Ofens innerhalb der Strahler (100 mm) berücksichtigt. Da die Probenaufgabe einen festen Abstand zum Strahler hat, konnte die Reproduzierbarkeit der Messungen gewährleistet werden.

Die Kalibrierung des Ofens erfolgte indirekt über den Vergleich von getemperten Proben aus dem Synchrotronofen, da nur dieser Ofen sinnvoll kalibriert werden konnte.

3.1.6 Röntgentopographiekamera (RTK)

In diesem Kapitel wird die im Labor für die Röntgentopographie verwendete Anordnung beschrieben werden¹⁷.

Als Strahlungsquelle dient eine 1.5 kW Feinfokusröntgenröhre ($0.4 \times 8 \text{ mm}^2$) mit Cu-Target. Bei der Topographie dünner Schichten wird diese mit 40 kV und 30 mA betrieben. In Bild 3.8 ist das Prinzip der Topographiekamera mit krümmbaren Kollimator dargestellt. Die aus dem Röhrenfenster austretende divergente Strahlung trifft auf diesen Kollimator. Nur der die Braggbedingung erfüllende Strahlungsanteil wird am Kollimator reflektiert und bildet den kollimierten Nutzstrahl, der eine Divergenz von nur 1 Bogensekunde¹⁸ in der Einfallsebene erreicht. Die Abmessungen des Nutzstrahls betragen etwa $80 \times 20 \text{ mm}$. Damit ist es möglich bis zu 75mm-Wafer nahezu vollständig abzubilden. Der Kollimator ist so eingestellt, dass der Nutzstrahl nur die $\text{CuK}\alpha_1$ -Linie der Röntgenröhre enthält. Der kollimierte Nutzstrahl kann mit Hilfe von Blenden an die Probengröße angepasst werden, so dass der Streuuntergrund minimiert wird. Es stehen verschiedene Kollimatoren zur Verfügung. Für die meisten Untersuchungen wurde der (044)-Kollimator eingesetzt.

¹⁷ Im folgenden wird Röntgen Topographie Kamera mit RTK abgekürzt

¹⁸ Ohne Berücksichtigung der Dispersion der $\text{Cu-K}\alpha$ Linie

Die Probe liegt waagrecht auf dem Probenhalter und benötigt keine spezielle Halterung. Der Probenhalter besteht aus einem Drehkipptisch. An diesem können der Beugungswinkel (fein, grob) in einem Bereich von etwa $\pm 5^\circ$, der azimuthale Probenwinkel ($0-360^\circ$) sowie die Verkippfungswinkel (etwa $\pm 3^\circ$) relativ zur Einfallsebene verändert werden. Die Aufhängung des Kipptisches ist durch zwei Kreuzbandgelenke realisiert. Der Achsantrieb erfolgt über sogenannte Mikedrives (Differentialmikrometerschraube mit DC-Motorgetriebe-Encoderkombination) der Fa. PI (Physikinstrumente Waldbronn). Die Kippung erfolgt über ein Hebelgetriebe. Die Beugungswinkeleinstellung wird je nach Bedarf über zwei separate Hebel und dazugehörige Antriebe erreicht. Die Ansteuerung erfolgt über Gleichstrommotore. Als Photonendetektor wird ein Szintillationszähler eingesetzt.

Der Beugungswinkel ist mit einer Genauigkeit von 0,1 Bogensekunde einstellbar. Als Hilfsmittel bei der manuellen Justage dient die Bestimmung der mittleren Halbwertsbreite der durch den Detektor erfassten lokalen Rockingkurven als Maß für die „Güte“ der Justage. Da die Belichtungszeiten für Kernspurplatten insbesondere bei geringen Einfallswinkeln von 9° (044-Reflex) sehr groß sind (ca. 10-17 Stunden), wurde eine automatische Nachführung des Arbeitspunktes implementiert, der die thermische Drift der Apparatur ausgleicht. Wenn die thermische Drift des Reflexes langsam genug erfolgt, kann mit dieser Regelung eine Einhaltung des Arbeitspunktes gewährleistet werden.

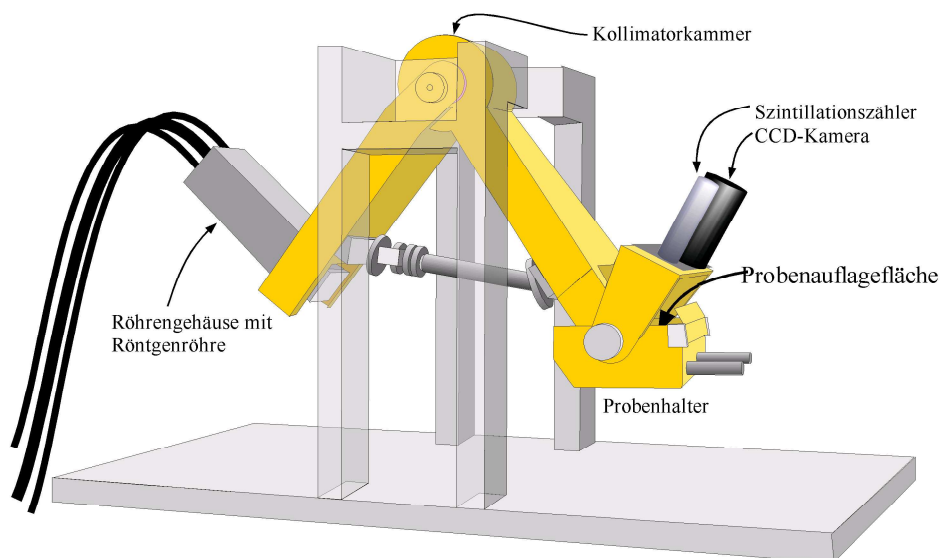


Abb. 3.15 Aufbau der Zweikristall-RTK, wie sie für die Zweikristalltopographieuntersuchungen im Labor zum Einsatz kam

3.1.7 Atomkraftmikroskopie

Die Atomkraftmikroskopie (englisch: **A**tomic **F**orce **M**icroscopy Abk. AFM) ist eine Methode zur Untersuchung des Oberflächenreliefs verschiedenster Proben. Für die Untersuchungen stand ein Gerät der Fa. TOPOMETRIX zur Verfügung. Die Untersuchung sehr geringer Höhenunterschiede von atomaren Stufen bei gleichzeitig möglichst großem Gesichtsfeld stellt jedoch eine Herausforderung an diese Gerätetechnikklasse dar. Man unterscheidet grundsätzlich zwei Modi. Den Kontakt- und den Tapping-Modus. Beim Kontakt-Modus berührt eine Siliziumnitridspitze, die sich an einem Cantilever befindet, die Probe. Im Tapping-Modus hat sie einen Abstand von einigen Nanometern zur Probenoberfläche. Es existieren eine Reihe von Variationen dieser Modi. Beim Tapping-Modus wird die Spitze mit ihrer Resonanzfrequenz angeregt, so dass die Spitze mit einer Amplitude von einigen Nanometern schwingt, dabei die Probenoberfläche jedoch nicht berührt. Die Messung der Topographie der Oberfläche erfolgt über die Messung der Änderung der Resonanzfrequenz des Cantilevers bei Annäherung an die Probenoberfläche.

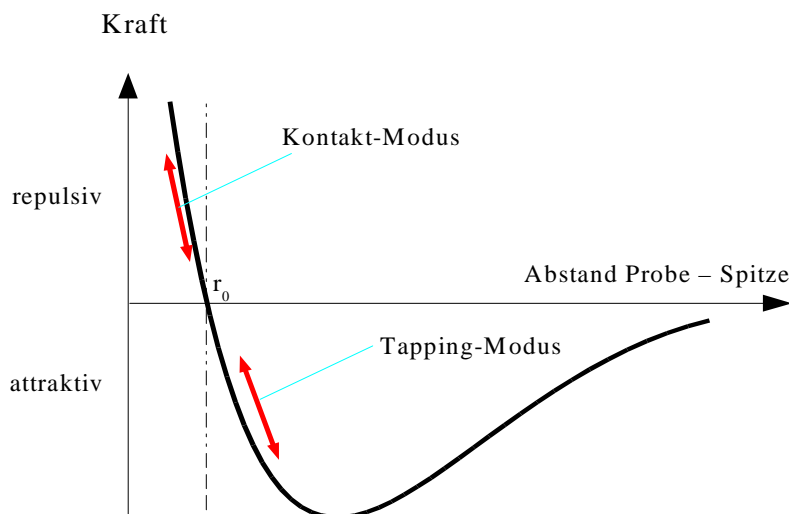


Abb. 3.16 resultierende Kraft auf die AFM-Spitze in Abhängigkeit vom Abstand zur Probenoberfläche

Für die Untersuchung von Versetzungsgleitspuren an der Probenoberfläche eignet sich nur der Kontakt-Modus, wobei die sehr starken atomaren Abstoßungskräfte zwischen Probenoberfläche und Spitze wirken, wie im Schema 3.16 durch roten Pfeil dargestellt. Beim To-

Topometrix-AFM wird eine Siliziumnitridspitze, welche sich am Ende eines Cantilevers mit einer Federkonstante k von etwa $0,03 \text{ N/m} - 0,6 \text{ N/m}$ befindet, direkt auf die Probenoberfläche gebracht. Die Spitze wird im sogenannten „Constant Force“-Modus mit einer mittels PID-Regelkreis konstant gehaltenen positiven Kraft von $5\text{-}50 \text{ nN}$ auf der Probenoberfläche bewegt. Entsprechend der Probentopographie wird die Spitze samt Cantilever ausgelenkt. Durch den starken Anstieg der Abstands-Kraft-Kurve im Abstrahlungsbereich erreicht man eine sehr hohe Empfindlichkeit der AFM-Methode.

Das Differenzsignal des Regelkreises kann ebenfalls als Messsignal benutzt werden. Es hat sich für das Topometrixgerät herausgestellt, dass das Signal des internen Sensors weniger auf externe bzw. vom Gerät hervorgerufene Störungen empfindlich ist.

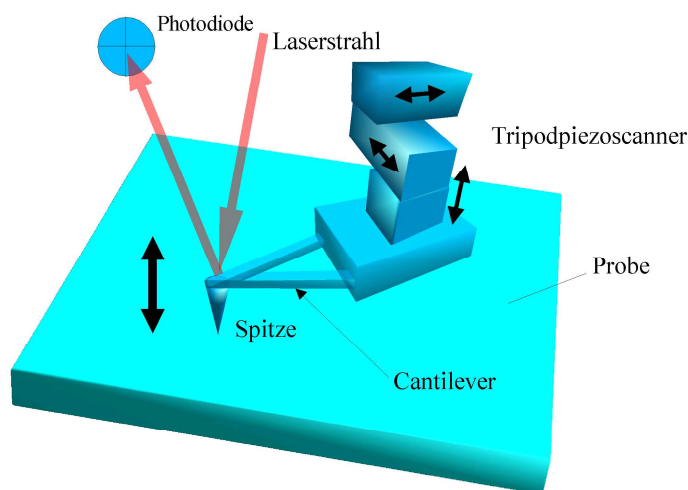


Abb. 3.17 Aufbau eines Atom-Kraft- Mikroskops Der Tripodscanner dient der Steuerung der Auflagekraft und dem Abrastern des zu untersuchenden Probenausschnitts

3.1.8 Digitalisierung von Topogrammen

Die Auswertung der Topogrammausschnittsvergrößerungen ist ohne den Einsatz einer digitalen Bilderfassung kaum praktisch durchzuführen. Für die Digitalisierung der Topogramme wurde ein Durchlichtmikroskop mit einem Videoaufsatz verwendet. Dabei kann ein Bildfeld von maximal $14.5 \times 11.5 \text{ mm}^2$ bzw. $19.3 \times 15.3 \text{ mm}^2$ (abhängig von der Videoprojektionslinse) digitalisiert werden. Bei maximalen Vergrößerung mit dem 10x Objektiv ($\text{NA.} = 0,17$) beträgt die Pixelgröße $1.1 \text{ }\mu\text{m}$, was etwa dem maximal erreichbaren Auflösungsvermögen der Ilford L4 Fotoplatte entspricht.

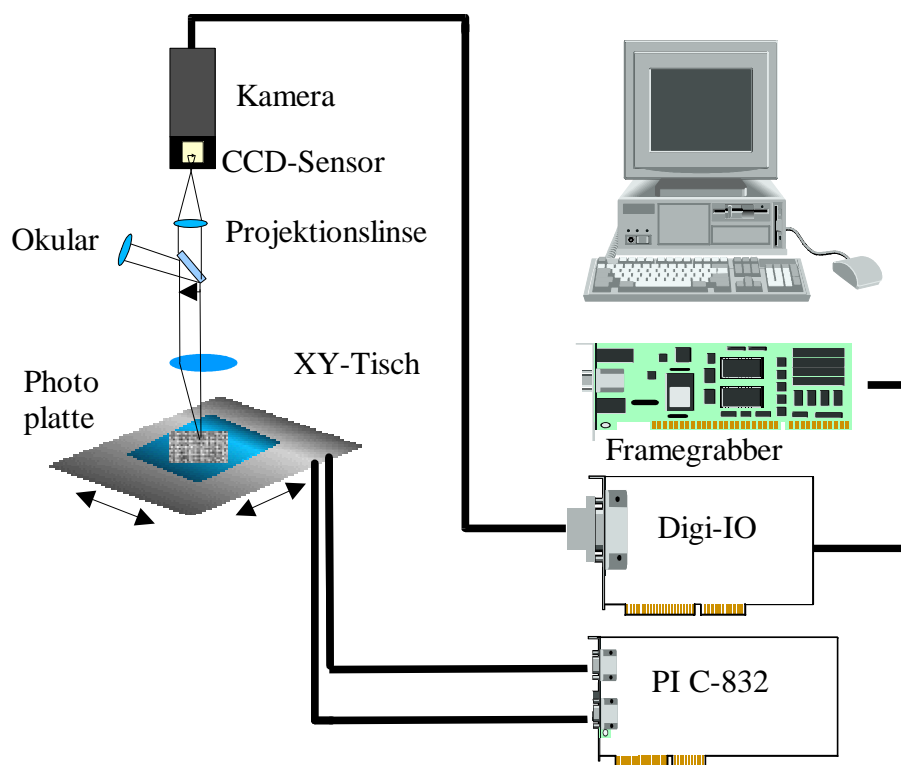


Abb. 3.18 Schema des Videomikroskopierplatzes

Um bei der Digitalisierung von Topogrammserien exakt den selben Bildausschnitt aufzufinden, wurde für das verwendete Stativ ein motorisch verstellbarer X-Y-Tisch mit einem

Verstellbereich von $80 \times 80 \text{ mm}^2$ verwendet. Dazu kommt im wesentlichen die selbe Ansteuerelektronik, wie die der Topographiekamera, jedoch mit anderen Getriebeuntersetzungen und Encodereinteilungen, zum Einsatz.

Als Kamera diente eine Pulnix TM-1300 Monochromkamera. Der CCD-Chip hat eine Auflösung von 1300×1030 Pixeln. Die Größe der quadratischen Pixel beträgt $6.7 \text{ }\mu\text{m}$. Die Bilder gelangen über einen monochromen Framegrabber Pulsar der Fa. Matrox in den Auswerterechner. Dieser Framegrabber gestattet den Anschluss von Nichtstandard-Monochrom-Kameras mit Pixelzahlen, die von der Pal-Fernsehnorm (768×576) abweichen. Dabei wurde das Bildverarbeitungsprogramm Matrox Inspector 2.1 benutzt, welches den Framegrabber direkt ansteuern kann. Das Programm ermöglicht nach vorhergegangener Kalibrierung Längenmessungen für verschiedene Vergrößerungen.

Die Digitalisierung von Topogrammauschnitten erweist sich sehr hilfreich für die Ausschnittsvergrößerungen, kann jedoch die photographische Vergrößerung von Topogrammen für Übersichtszwecke noch nicht ganz verdrängen.

3.1.9 Durchführung des Synchrotron-Experiments zur Bestimmung der Versetzungsgleitgeschwindigkeit

Der Gleitprozess von Misfitversetzungen sollte mittels Röntgentopographie direkt während der Temperung beobachtet werden. Diese Beobachtungen sind aufgrund der erforderlichen kurzen Belichtungszeiten im Minutenbereich und der dafür notwendigen Intensität der Röntgenstrahlung nur mittels Synchrotronstrahlung möglich. Weiterhin sollte die Beeinflussung des Versetzungsgleitens durch verzögerten Beginn der Gleitbewegung auf Grund der Ansammlung von Punktdefekten (siehe Kapitel 2.7) verhindert werden. Der Einfluss der Aufheiz- und Abkühlphasen wurde durch die in-situ Beobachtung ebenfalls minimal gehalten. Im Hinblick auf die Messung der Versetzungsgeschwindigkeit und auf den Vorgang des Quergleitens wurden mehrere Messzeiten am European Synchrotron Radiation Facility Grenoble ESRF durchgeführt und fanden alle an der Topographiebeamline ID19 statt.

Bei den ersten Meßzeiten wurde eine Zweikristall-Topographiekamera verwendet, die von unserer Gruppe an ID19 installiert wurde. Für unsere in-situ-Messungen wurde der unter 3.1.4 beschriebene Ofen und ein eigener schneller Photoplatten-Transportmechanismus eingesetzt. An der Beamline ID19 war es möglich, Belichtungszeiten für Ilford-L4-Platten von ca. 1 min zu erzielen und so im Temperaturintervall 500 bis 550 °C hinreichend viele Topogramme während einer Temperung aufzunehmen.

Bei den ersten in-situ-Experimenten (HS-397) traten erhebliche Probleme mit der Ortsauflösung im Topogramm auf. Offenbar waren diese dem Stabilitätsproblem des Ofens geschuldet - sie sind jedenfalls nach dem Ofenumbau nicht mehr vorhanden.

Es konnte (erwartungsgemäß) nachwiesen werden, dass in den dünnen untersuchten Schichten Misfitversetzungen nur mittels Planwellentopographie (Zweikristalltopographie) abgebildet werden können. Dank der in unserer Arbeitsgruppe entwickelten Technik mit definiert krümmbarem Monochromator-Kristall [JKM88] konnte dabei trotz gekrümmter Proben jeweils die gesamte Probenfläche abgebildet werden. Dabei gab es anfangs Probleme aufgrund der hohen thermischen Belastung des Monochromatorkristalls durch den

intensiven 'weißen' Synchrotronstrahl. Durch Bau eines neuen, verbesserten Monochromatorsystems (in Zusammenarbeit mit ID19) konnte ein problemloser Routinebetrieb erreicht werden.

3.1.9.1 Beamline

Die Abbildung 3.19 zeigt den Aufbau der Topographiebeamline ID19. Die Beamline ID 19, ist eine Wiggler-Beamline die speziell für die Topographie konzipiert wurde. Die effektive Quellgröße beträgt $0,2 \times 0,1 \text{ mm}^2$ [ID19]. Diese Beamline zeichnet sich durch die für die Topographie erforderlichen Strahlabmessungen aus. Die Abmessungen $40 \times 14 \text{ mm}$ (Breite*Höhe) werden durch einen sehr großen Quelle-Experiment-Abstand von über 145m erreicht.

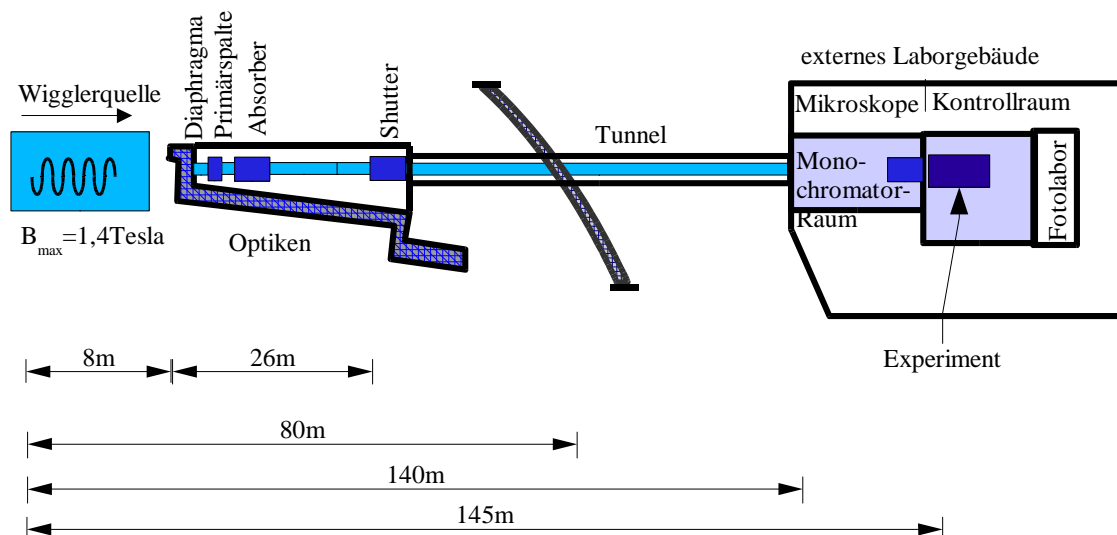


Abb. 3.19 Aufbau der Beamline ID 19 am ESRF Grenoble

Das Energiespektrum reicht von etwa 8-120 keV, wobei für unsere Experimente der untere Energiebereich bei ca. 8 keV wegen der kurzen Belichtungszeit für die Fotoplatte Ilford L4 und der guten Punktauflösung dieses Plattenmaterials von Interesse war. In diesen Zusammenhang ist anzumerken, dass es immer noch keine Alternative zu den Ilford-L4-Platten gibt, die einen sehr günstigen Kompromiss zwischen Empfindlichkeit und Auflösung (1000 Linienpaare/mm) darstellen.

Die Verwendung des untersten Energiebereiches bedeutete jedoch den Verzicht auf alle Beamlineabsorber. Die Leistungsdichte im Primärstrahl in 140 m Entfernung von der Quelle beträgt bei einem Ringstrom von 200 mA $0,6 \text{ W/mm}^2$. Dies erfordert eine Kühlung des Monochromatorkristalls. Es konnte für die Regelung der Intensität und Verringerung der thermischen Last am Kollimatorkristall ein sogenannter Chopper verwendet werden, der den Primärstrahl nach dem Stroboskopprinzip moduliert.

3.1.9.2 Auslegung des Synchrotronexperiments

Ein erstes Vorexperiment mittels Weißstrahltopographie zeigte, dass der Versetzungskontrast mit dieser Technik nicht abzubilden war.

Bei der Betrachtung von Versetzungen in dünnen Schichten ist der Einfluss der Bildspannungen (bzw. Bildkräfte) der Versetzungen nicht mehr zu vernachlässigen. Streng genommen sind die Versetzungen als Versetzungsdipol zu behandeln. Dies führt dazu, dass Versetzungen in dünnen verspannten Schichten ein rasch in der Tiefe abfallendes Spannungsfeld besitzen, welches etwa in der räumlichen Ausdehnung in der Größenordnung der Schichtdicke liegt.

Das weiter ausgedehnte schwache Spannungsfeld ist nur mit Hilfe der Zweikristalltopographie gut abzubilden, da diese Technik eine um wenigstens eine Größenordnung höhere Spannungsempfindlichkeit als die Weißstrahltopographie besitzt. Außerdem ist der Kontrast in Transmission vom gestörten Volumen abhängig, welches für den Fall von Misfitversetzungen in dünnen Schichten sehr klein ist. Deshalb wurde die erheblich empfindlichere Doppelkristallanordnung gewählt, für die zumindest im Labor eine Deformationsempfindlichkeit von 10^{-7} erreicht wurde [Köh94] .

Die Monochromatoren der Beamline kamen aus verschiedenen Gründen nicht zum Einsatz. Zum einen erfolgte die Steuerung der Beamline-Monochromatoren über ein relativ langsames Client-Server System. Dabei wird die Motorensteuerungs-Hardware über ein VME-Bussystem angekoppelt. Die eigentliche Kommunikation erfolgt über ein Unix-System. Schon dieser Aspekt machte diese Art der Steuerung für ein Echtzeitexperiment sehr unbequem. Zum anderen sind die Proben aufgrund der Verspannung der Schicht sehr stark gekrümmt (Krümmungsradius $r \approx 100 \text{ m}$). Das hat bei einem ebenen Kollimatorkristall zur Folge, dass nur in einem kleinen Teil der gekrümmten Probe die Braggbedingung erfüllt

ist. So wird nur ein kleiner Bereich der Probe gut ausgeleuchtet. Nach Abwägung aller Aspekte blieb nur ein Transfer der bereits im Labor erfolgreich eingesetzten Zweikristall-Technik mit krümmbarem Kollimatorkristall übrig. Dies bedeutete den Aufbau und die Testung einer speziell für den Einsatz am ESRF vorgesehenen Zweikristallkamera. Inzwischen wurde von den Mitarbeitern von ID19 eine neue Kamera aufgebaut, die das Prinzip und Komponenten unserer Kamera verwendet.

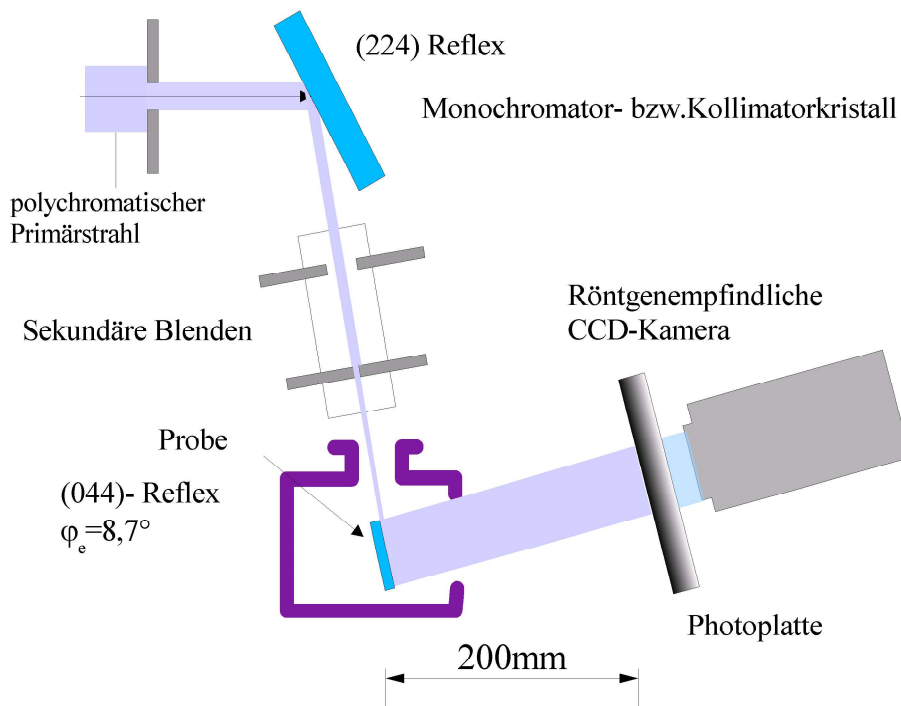


Abb. 3.20 Schematische Darstellung des Synchrotronexperiments

Für die Experimente an ID19 wurde der im folgenden beschriebene und in Abb. 3.20 schematisch dargestellte Messaufbau benutzt. Die Synchrotron-Röntgen-Topographiekamera¹⁹ ist eine Weiterentwicklung der bereits seit einigen Jahren im Labor der Arbeitsgruppe verwendeten Röntgentopographiekamera. Der Aufbau wurde in der Vorbereitung der Messzeiten teilweise neukonzipiert. Die obige Abbildung stellt den Stand während der zweiten Messzeit dar. Die Anordnung besteht aus den Hauptbestandteilen: krümmbarer Kollimatorkristall, Probenhalter mit motorischem Dreh-Kipptisch sowie dem Blenden-schacht und dem Film- bzw. Plattentransportmechanismus. Dieser Transportmechanismus

¹⁹ abgekürzt im folgenden als STK bezeichnet

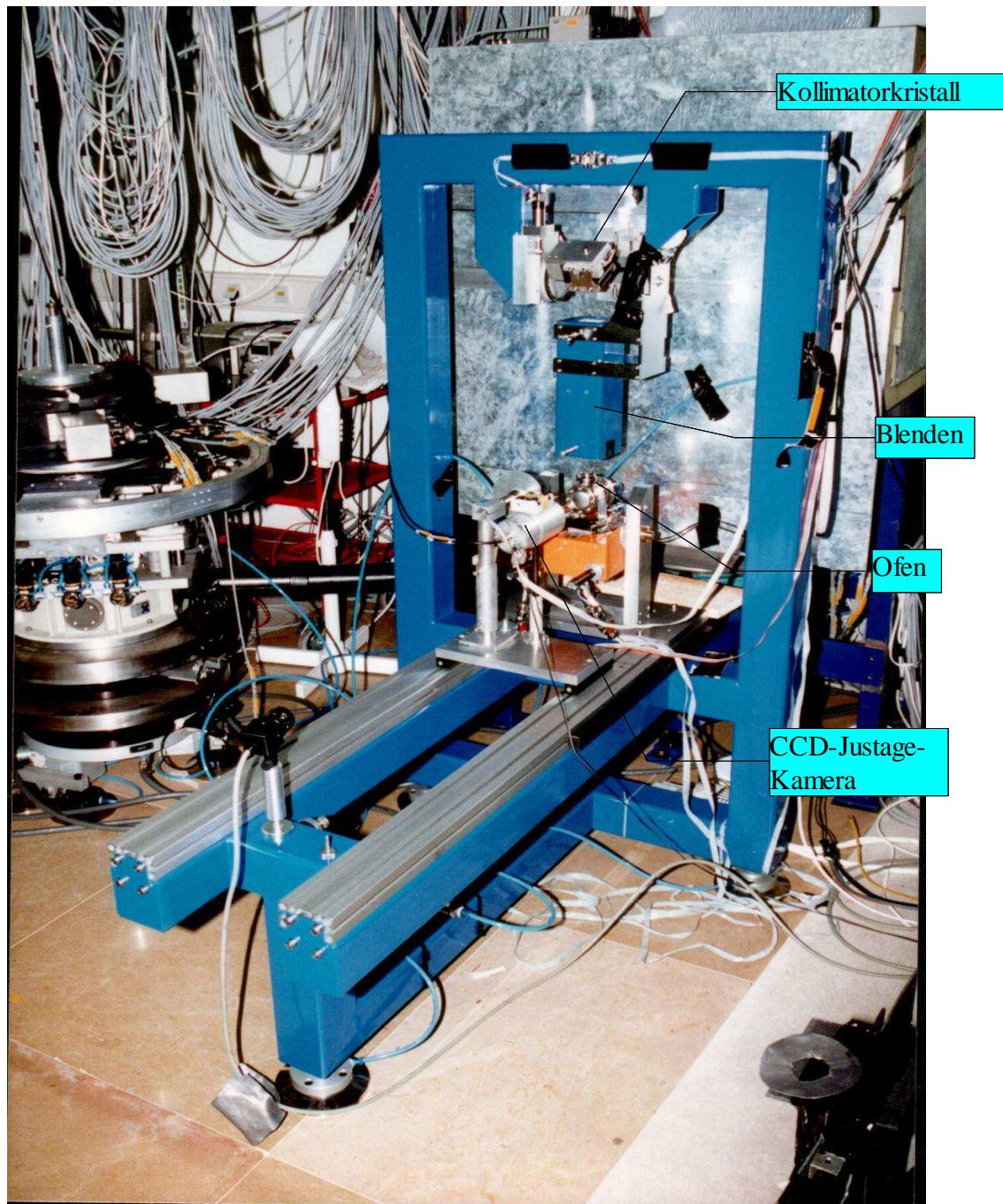


Abb. 3.21 Synchrotron Topographie Kamera

Diese Konfiguration wurde bei den ersten beiden Synchrotronexperimenten benutzt.

wurde zunächst als Drehbewegung realisiert, was sich jedoch nachteilig auf die Auswertung der Topogramme auswirkte, da der Drehpunkt nicht exakt vermerkt werden konnte.

Der Mechanismus für die Aufnahme der Platten bzw. Filme wurde nach der ersten Messzeit neu konstruiert und bestand aus einer sehr genauen Linearführung. Diese lineare Bewegung konnte relativ einfach bei der Auswertung nachvollzogen werden und erleichterte das Auffinden von Ereignissen auf den Topogrammen erheblich. Zur Intensitätsregelung des Primärstrahls kam der Chopper der Beamline zum Einsatz.

Hinter der Photoplatte befindet sich eine röntgenempfindliche Kamera. Mit dieser Justage-Kamera kann die thermische Drift des Probenreflexes außerhalb der Messkammer nachjustiert und somit der Arbeitspunkt konstant eingestellt werden. Dazu dienen die höheren Reflexordnungen. Diese besitzen eine dementsprechend kürzere Wellenlänge und damit eine höhere Energie und können die Photoplatte durchdringen. Diese Reflexe erfüllen die Beugungsbedingung nahezu exakt wie der Reflex mit der niedrigsten Ordnung besitzen aber eine geringere Halbwertsbreite. Deshalb kann auch das Topogramm, welches mit der Kamera aufgenommen wird, zur Justage des Grundreflexes benutzt werden. Dies ist zwar aufgrund der geringen Breite des Reflexes höherer Ordnung nicht ganz exakt für den Grundreflex, stellt aber einen guten Kompromiss zu einem unregelmäßigen Topogramm dar.

Für die Aufnahme von Topogrammserien waren je 2 Photoplatten mit den Abmessungen $50 \times 150 \text{ mm}^2$ (d.h. für je eine Serie mit 6-7 Aufnahmen) an einem Transportmechanismus befestigt und konnten linear bewegt (in Abb. 3.20 senkrecht zur Zeichenebene) werden.

3.1.9.3 Durchführung des Synchrotron-Experimentes

Die Beschreibung des Experimentes bezieht sich im Wesentlichen auf den technischen Stand während der zweiten Messzeit. Der Einfallswinkel an der Probe ist durch den Ofen limitiert und liegt zwischen 3° und 9° . Die Skizze zeigt die eingestellte Geometrie. Während der ersten und zweiten Messzeit wurde eine (n,-n) Geometrie benutzt, d.h. eine nichtdispersive Anordnung. Der bei 8 keV nötige probenseitige Einfallsglanzwinkel beträgt 8.7° , so dass zunächst die in Abb. 3.22 dargestellte Geometrie eingestellt wurde.

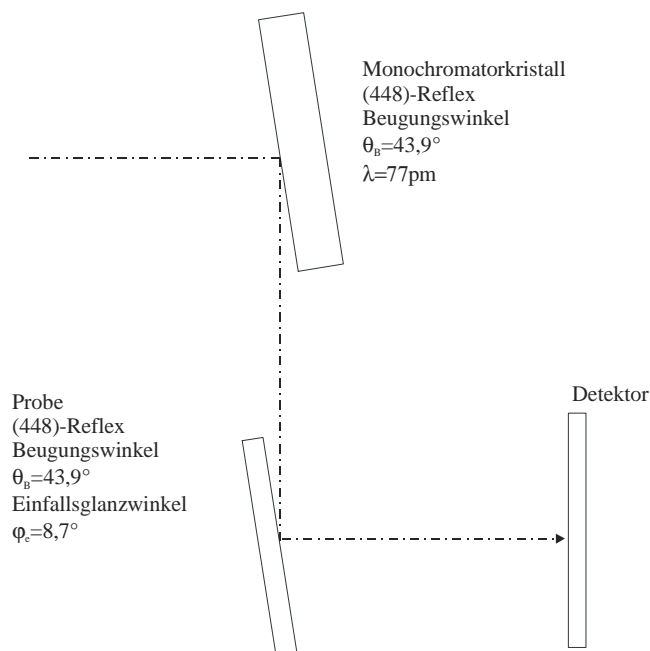


Abb. 3.22 Skizze der eingestellten n,-n-Anordnung

Diese nichtdispersive Anordnung wurde beim ersten Synchrotronexperiment benutzt

Bei der Planung des Experimentes wurde von einem zur Verfügung stehenden Wellenlängenbereich ab 8 keV ausgegangen. Ein defektes Berylliumfenster im Bereich der Optiken (Abb. 3.19) wurde vor der Messzeit aus dem Strahlweg entfernt und gegen ein Alumi-

umfenster ausgetauscht. Daraus ergab sich aufgrund der stärkeren Absorption im weichen Bereich eine Einschränkung des Wellenlängenbereiches. Der zur Verfügung stehende Energiebereich lag daher während der ersten Messzeit deshalb zwischen 16-120 keV. Folgerichtig mussten der (448)-Reflex (Abb. 3.22) verwendet werden. Die Wellenlänge bei der für 8 keV eingestellten Geometrie betrug 77 pm. Dies machte sich vor allem im schlechten Kontrast auf den Photoplatten bemerkbar. Ein weiterer Gesichtspunkt bei der Wahl des Reflexes war die Tatsache, dass jeweils nur eine Linienrichtung der Misfitversetzungen aufgrund der Lage zum Beugungsvektor gut abgebildet wird. Dadurch wird der Kontrast der dazu senkrecht verlaufenden Linien schlechter. Dies stellte sich als nachteilig bei der Auswertung, vor allem für die Beobachtung von Ereignissen an Versetzungskreuzungspunkten heraus.

Bei den nächsten Messzeiten wurde der (044)-Probenreflex (Geometrie in Abb. 3.20) genutzt, um vor allem beide Versetzungslinienrichtungen gleichermaßen gut abbilden zu können. Am Kollimator wurde der (224)-Reflex ($\Theta_B=40,1^\circ$) verwendet.

Später wurde der probenseitige Einfallsglanzwinkel auf 3° verkleinert, in der Hoffnung damit den Versetzungscontrast zu verbessern.

Bei der letzten Messzeit kam zusätzlich ein anders geschnittener, speziell für das Synchrotron vorgesehener größerer Monochromatorkristall zum Einsatz, wobei am Monochromator der (333)-Reflex benutzt wurde. Dies entspricht einem dispersiven n,-m-Aufbau.

In einem ersten Schritt wurde der Monochromator, der zugleich auch als Strahlformer dient, zunächst in ungekrümmter Position so eingestellt, dass eine Wellenlänge von etwa 150 pm erreicht wird. Die zunächst aufgetretene Erhitzung des Kollimators auf deutlich über 50°C konnte wirksam durch eine Luftkühlung beschränkt werden. Dies war insofern bedeutsam, da der Kollimatorkristall für die Krümmbarkeit an Metallblechen mittels Epoxidharz aufgeklebt ist, welches nicht sehr temperaturbeständig und bei höheren Temperaturen plastisch verformbar ist. Die Plastizität dieses Materials ist irreversibel und führte zur Unbrauchbarkeit der Krümmungseinstellung eines Monochromators.

Während der Messreihe konnte auf ein Schließen des Beamlineshutters zwischen den Belichtungen verzichtet werden. Dies erwies sich als günstig, da so eine Drift am Monochromator aufgrund der so konstanten Wärmelast entfiel.

Für jede Topogrammserie wurde ein Topogramm der Probe bei Raumtemperatur aufgenommen. Anschließend wurden die Proben auf Temperaturen von 500 – 650 °C aufgeheizt. Die typische Aufheizzeit betrug ca. 2 min für das Aufheizen auf 500 °C. Mit Hilfe eines Reglers wurde die Temperatur im Ofen konstant gehalten. Die Regelschwingungen am Messthermoelement lagen unter 0,5 K.

In äquidistanten zeitlichen Abständen je nach angestrebter Gesamttemperatur erfolgte die Belichtung der Photoplatten. Der Plattenverschiebemechanismus konnte zwei Photoplatte Rahmen aufnehmen, wobei auf jeder Platte etwa 7 Topogramme Platz fanden. Bei der ersten und zweiten Messzeit stand wie bereits erwähnt, nur ein Wellenlängenbereich bis ca. 78 nm zur Verfügung. Damit lag die Belichtungszeit für die verwendeten Ilford L4 Kernspurplatten bei etwa 5 min. Dies begrenzte die sinnvoll untersuchbaren Temperaturen auf maximal 520 °C. In der letzten Messzeit konnte die doppelte Wellenlänge von ca. 150 nm genutzt werden. Aufgrund der damit höheren Empfindlichkeit des Plattenmaterials wurden Belichtungszeiten um 1 min für Ilford L4 erreicht. Dies erlaubte dann auch Untersuchungen der Proben bei Temperaturen bis 600 °C.

3.1.10 Ex-Situ Laborexperiment

Für weitere Untersuchungen zum Versetzungsgleiten bzw. zur Untersuchung der Nukleation wurden im Labor weitere Temperversuche durchgeführt.

Für die Experimente im Labor wurde sowohl der am Synchrotron verwendete, als auch ein speziell für Kurzzeitemperaturen entwickelter Ofen eingesetzt. Dieser Ofen ist detailliert im Abschnitt 3.1.5 beschrieben.

Für die Untersuchungen im Labor standen 2 Topographiekameras zur Verfügung. Der größte Zeitaufwand entstand im Gegensatz zum Synchrotronexperiment bei der Aufnahme der Topogramme. Die Proben wurden folgender Prozedur unterworfen:

- Temperung bei konstanter Temperatur mit Protokollierung der Aufheiz- bzw. Abkühlphasen.
- Justage der Probe auf der RTK und Aufnahme des Topogramms

(ca. 16 h Belichtungszeit für (044)-Reflex)
- AFM-Untersuchung
- erneute Temperung
- 4 Durchläufe dieser Prozedur pro Temperatur und für jede Probe

Die Protokolle der Temperaturverläufe der Aufheiz- und Abkühlphasen wurden für eine Korrektur der Temperzeiten verwendet. Dazu wurde mit den erwarteten Werten eine effektive Temperzeit errechnet. Für die verwendeten Temperzeiten pro Tempersschritt im Bereich von 4-20 Minuten ergaben sich jeweils Korrekturen je nach Sollwerttemperatur von maximal 90 Sekunden bei einer Temperatur von 540 °C. Dazu wurden alle Messwerte bis zum Erreichen der Zieltemperatur für eine Korrektur berücksichtigt. Dies bedeutet einen systematischen Fehler, der leider für höhere Temperaturen stark ansteigt. Die Korrektur führt im Vergleich mit den Messungen am Synchrotron zu etwa gleichen Geschwin-

digkeiten. Auch mit dieser Messmethode ist es möglich, die Gleitgeschwindigkeiten ausreichend genau zu ermitteln. Außer dem großen Zeitaufwand besteht jedoch zusätzlich der Nachteil, dass der Einfluss der Aufheiz- und Abkühlphase schlecht eingeschätzt werden kann. Da die Regelung des Ofens auf schnelles Aufheizen hin optimiert wurde, treten deshalb schwach gedämpfte Regelauslenkungen mit Amplituden um 10 K am Anfang der Temperzeit auf, die das Messergebnis beeinflussen können. Da diese aber immer symmetrisch um den Sollwert schwanken, ist ihr Einfluss gering.

3.1.11 AFM-Untersuchungen

Die in der Silizium-Germaniumschiicht gleitenden, die Oberfläche durchstoßenden Versetzungen erzeugen Oberflächenstufen. Dies ist immer der Fall, sofern der Burgersvektor eine Komponente senkrecht zur Oberfläche besitzt. Der Burgersvektor und die Versetzungslinie spannen, wie in der Abbildung 3.23 dargestellt, die Gleitebene auf. Da diese zur Oberflächennormale einen Winkel von $35,2^\circ$ aufweist, müssen notwendigerweise an der Oberfläche Stufen auftreten.

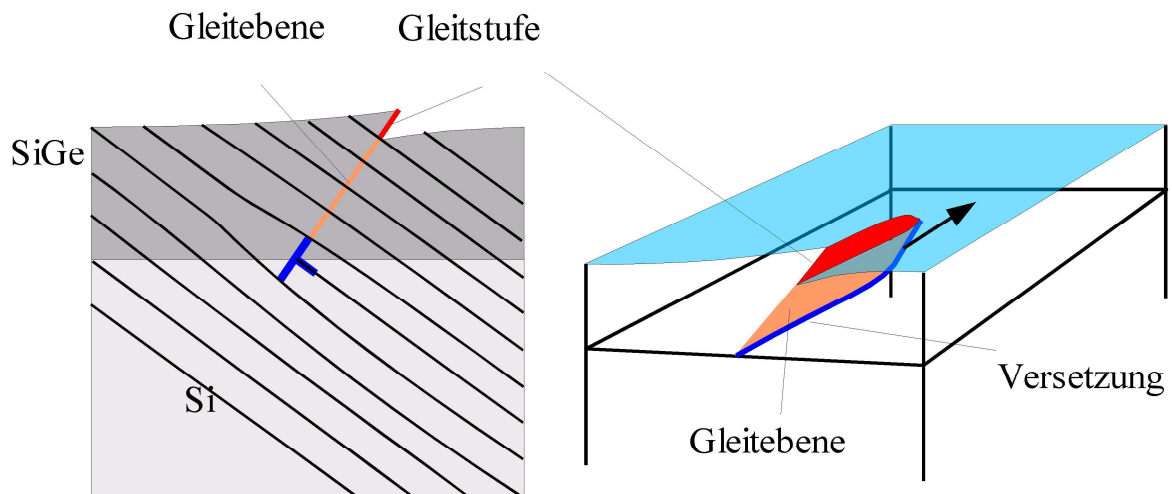


Abb. 3.23: Entstehung einer Oberflächengleitstufe bei Bewegung in der Gleitebene. Der schwarze Pfeil deutet die Bewegungsrichtung des durchstoßenden Segmentes an.

Da die AFM-Technik im Vergleich zur Röntgentopographie eine um etwa eine Größenordnung bessere Ortsauflösung besitzt, sollte AFM genutzt werden, um eine Zielpreparation interessanter Probenausschnitte für die Untersuchung mittels TEM zu ermöglichen. Ziel war die Untersuchung der relaxierten Probe auf der kleineren Längenskala des AFM. Weiterhin sollte die Höhe der Oberflächenstufen vermessen werden, um einerseits Mono- bzw. Vielfachstufen zu unterscheiden, andererseits sollte die ungefähre Anzahl der zu den auftretenden Stufenbündeln gehörenden Versetzungen pro Bündel ermittelt werden. Der uns

zur Verfügung stehende Piezoscanner an einem Gerät des Typs TOPOMETRIX-Explorer erlaubte die Untersuchung einer maximal abtastbaren Fläche von $100 \times 100 \mu\text{m}^2$. Die erzielbare vertikale Auflösung liegt bei $<1 \text{ nm}$. Die laterale Auflösung hängt stark vom Spitzentyp ab und liegt zwischen 10 und 50 nm. Die monoatomaren Stufen (a/2) sollten bei Ausnutzung des großen Scanbereichs abgebildet werden. Dabei ist das TOPOMETRIX-Gerät an seiner Leistungsgrenze angelangt. Trotz der im folgenden aufgezählten Schwierigkeiten konnten monoatomare Stufen abgebildet werden:

- (a) die Ausbildung einer natürlichen Oxidschicht (Abb. 3.24) Untersuchungen zu Oxidation u.a. in [HEL79]
- (b) Relaxation in der unmittelbaren Umgebung der Stufen in Zusammenhang mit der Form der Spitze (Abb.3.25)
- (c) fehlende Eichproben für diesen Höhenbereich
- (d) Kontamination der Probenoberfläche nach längerem Gebrauch des Temperofens unvermeidbar

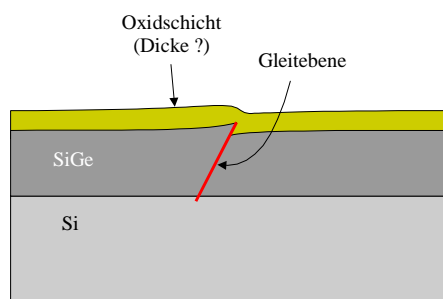


Abb. 3.24 Änderung des Profils einer Gleitstufe durch nachfolgende Oxidation

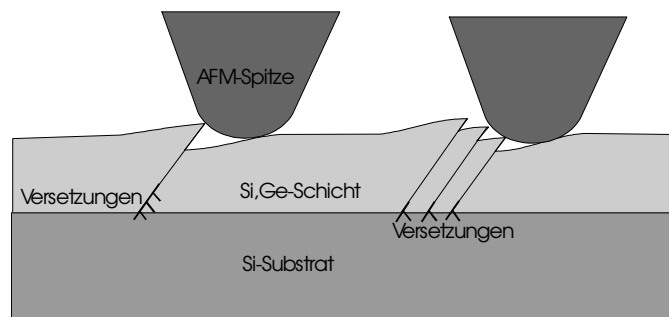


Abb.3.25 Verfälschung des Gleitstufenprofils durch die Form der AFM-Spitze

Die untersuchten Stufenbündel konnten als Vielfache von Monostufen interpretiert werden. Bei der Nutzung der AFM-Methode zum gezielten Auffinden von Probenorten, die weiterhin mittels TEM untersucht werden sollten, gab es Probleme bei der exakten Zuordnung von Topogrammausschnitten, die auf dem Topogramm interessant erschienen. Die Ursache

dafür lag einerseits in der Selbstähnlichkeit der auftretenden Versetzungsmuster auf der sehr unterschiedlichen Längenskala (Röntgentopogramm: mm-Bereich, AFM : μm -Bereich), andererseits erwies es sich als schwierig, mit der uns zur Verfügung stehenden XY-Verschiebung exakte Bezugskoordinaten einzustellen. Die Probenkanten konnten nicht auf eine erforderliche Genauigkeit von $50\text{ }\mu\text{m}$ genau ausgerichtet werden. Weiterhin ergeben sich bei der Topographie (aufgrund der Divergenz senkrecht zur Einfallsebene) Verzerrungen des Topogramms. Um die Orientierung auf der Probe zu erleichtern, wurde versucht nach Temperung und Topographie ein Markierungsmuster auf der Probe anzubringen. Dabei sollten die Markierungen sowohl in einem nach Aufbringen des Musters anzufertigenden Röntgentopogramm, als auch im optischen System des AFM sichtbar sein. Nach Möglichkeit sollte die Erkennbarkeit auch im optischen System einer Ionen-Abdünnanlage zur TEM-Preparation ermöglicht werden.

Erste Versuche wurden mit einem Al-Punktraster unternommen, welches mittels herkömmlicher Lithographie- und Lift-off-Technik hergestellt wurde. Es stellte sich heraus, dass die Verunreinigung der Probenoberfläche bei der Lithographie eine AFM-Abbildung der Oberflächenstufen wirksam verhinderte. Das bedeutete, es konnten nur noch die groben Strukturen der Alu-Punkte, nicht jedoch die Gleitstufen abgebildet werden. In einer weiteren Versuchsreihe wurden dann Eindrücke eines Mikrohärteprüfgerätes zur Herstellung eines Punktrasters genutzt. Bei geeigneter Wahl der Eindringtiefe bzw. des Auflagedruckes der Spitze des Prüfgerätes konnten kleine quadratische Eindrücke erhalten werden, die im Röntgentopogramm deutlich erkennbar waren, jedoch nur kleine lokale Spannungsfelder erzeugten, welche die Abbildung der Misfitversetzungen nur wenig beeinflusste (s. Abb. 3.26).

Diese Eindrücke waren dann auch im optischen System des AFM gut erkennbar. Um sie von den Staubpartikeln auf der Oberfläche zu unterscheiden, wurden dabei je zwei eng beieinander liegende Eindrücke benutzt. Diese Technik war erfolgreicher, konnte jedoch aufgrund der zunehmenden Kontamination der Oberfläche durch die Temperung kaum noch eingesetzt werden.

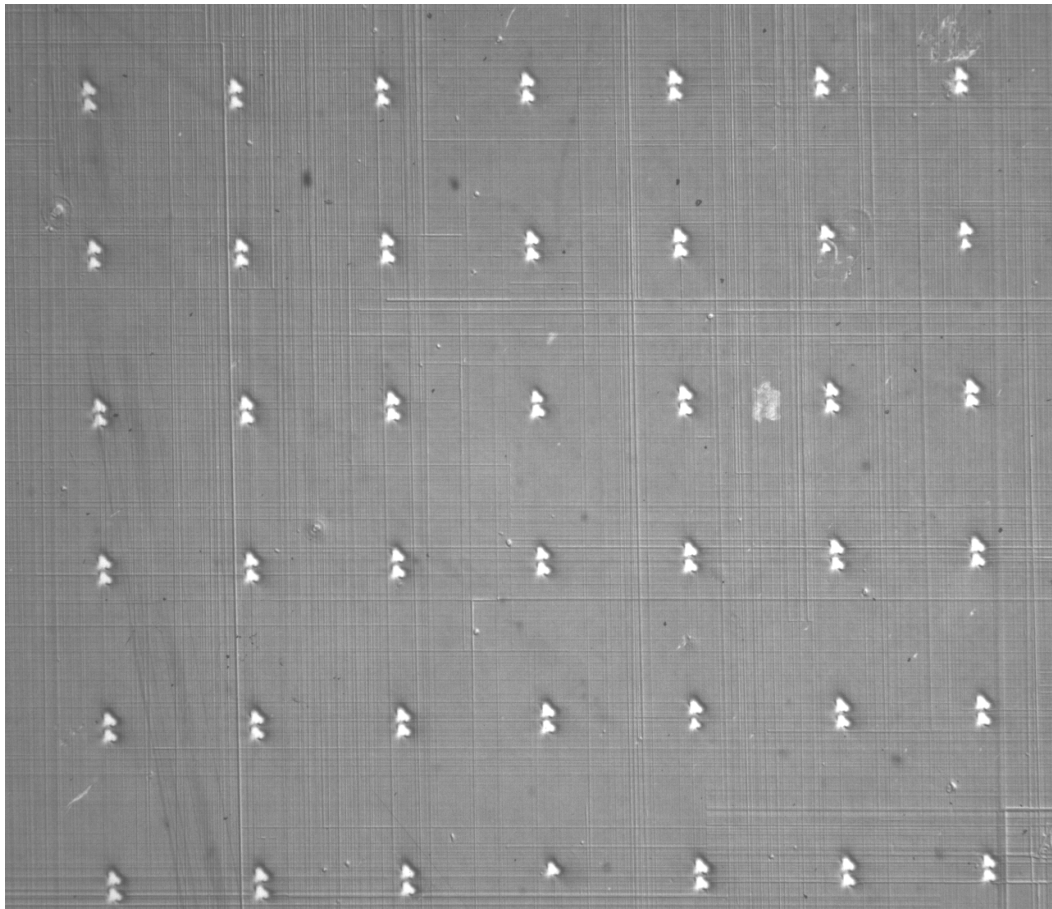


Abb. 3.26 Röntgentopogramm einer bereits relaxierten Probe mit einem Netz von Indentereindrücken eines Mikrohärteprüfgerätes im Abstand von 2 mm

Die Oberflächenverunreinigung der Proben mit ortsfesten Partikeln stellte sich als das schwerwiegendste Problem bei den AFM-Untersuchungen heraus. Das Problem dabei ist der Nachweis von Monostufen in der Nähe von ca. 50 nm großen Partikeln.

So ist es aufgrund der homogenen Überdeckung mit Partikeln (siehe Abb. 3.27) nahezu unmöglich Probenorte zu finden, die eine kleine Partikeldichte aufwiesen, so dass die Abbildung eines $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ Feldes möglich wurde. Diese Partikel hatten bei den anderen verwendeten Methoden Röntgentopographie und TEM so gut wie keinen störenden Einfluss. Da die Proben erst nach dem Vereinzeln (rückseitiges Anritzen und Brechen entlang $\langle 110 \rangle$), nach der Temperung sowie den Röntgenuntersuchungen und dazwischenliegenden Transporten zur AFM-Untersuchung gelangten, waren sie meist mit solchen Partikeln übersät. Die Partikelherkunft ist nur teilweise auf Luftstaub zurückzuführen, da alle Untersuchungen nicht in Reinräumen durchgeführt wurden. Die Herkunft und Art der Partikel ist aber unklar. Die Kontamination trat erst nach längerer Lagerung unter Atmosphärenbedin-

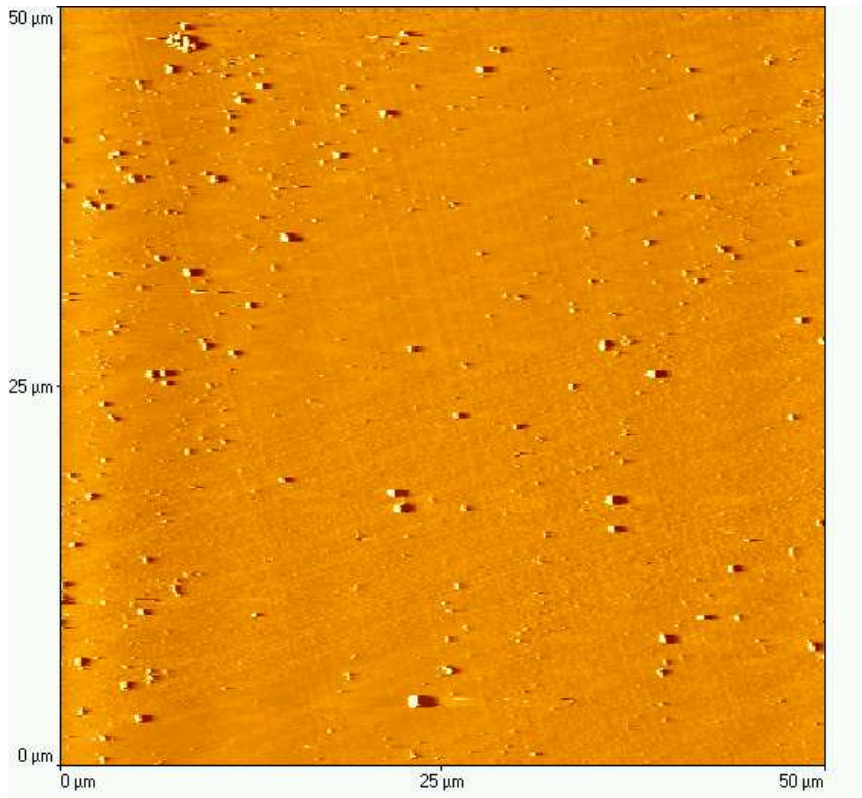


Abb. 3.27 Oberflächenverunreinigung nach dem Tempern Die Gleitstufen sind nur noch mit Mühe bzw. Bildverarbeitung extrahierbar

gungen auf. Weiterhin bleibt ungeklärt, welchen Anteil die Temperaturbehandlung an der Kontamination hat. Alle Versuche die Partikel durch Reinigung zu entfernen (z.B. Ultraschallreinigung in den verschiedensten hochreinen Lösungsmitteln sowie HF-Behandlung um die Oxidschicht zu lösen oder auch die Behandlung mit Reinigungspolymerfilmen) führten eher zu einer Verschlechterung der Situation. Die Partikel waren durch die äußeren Einflüsse offenbar sehr fest haftend. Die beschriebenen Umstände führten dazu, dass alle Proben der letzten Messzeit für eine AFM-Untersuchung nahezu unbrauchbar wurden. Nur mit einer Hochdruckreinigungsanlage des Paul-Drude-Instituts gelang es teilweise die wahrscheinlich beim Tempern entstandenen Ablagerungen auf der Probenoberfläche zu entfernen.

So gelang es, trotz der beschriebenen Schwierigkeiten AFM-Aufnahmen mit dem Nachweis von monoatomaren Stufen zu erhalten.

3.1.12 TEM-Untersuchungen

TEM-Untersuchungen sollten in der Abfolge Röntgentopographie (mm-Bereich) - AFM (μm -Bereich) - TEM das Relaxationsgeschehen im nm-Bereich erhellen.

Dazu standen folgende Geräte zur Verfügung:

- (a) TEM Hitachi H-8110, AG Kristallographie (Prof. Neumann) des Instituts für Physik der HUB
- (b) 1MeV - HVTEM, Institut für Mikrostrukturphysik / Halle (U.Richter)

Die Präparation der Proben erfolgte durch mechanisches Ausbohren der Ronden und anschließende Ionenstrahl-Abdünnung von der Silizium-Rückseite her, um die Grenzfläche Si / Si₃Ge zu erhalten.

Da eine Zielpräparation nach Röntgentopographien nicht möglich war, wurden die Ronden aus den getemperten Proben statistisch entnommen. Dabei ergab sich folgende Schwierigkeit:

Eine hohe 'Trefferquote' (z.B. bei der Analyse der Kreuzungs'punkte' von Versetzungsbündeln) war nur bei Proben zu erzielen, die eine ausreichende Dichte der Versetzungen und damit verbunden, eine längere Temperzeit aufwiesen. Bei diesen Proben hatten aber meist schon Versetzungsreaktionen eingesetzt, die zu einem sehr komplexen Bild führten und kaum noch Rückschlüsse auf die primären Vorgänge (z.B. beim Kreuzen von Misfitversetzungen) zuließen.

3.2 Proben

Ein wichtiger Untersuchungsgegenstand war der Einfluss des Herstellungsverfahrens auf die Relaxation der Silizium-Germaniumschichten. Die Proben wurden von verschiedenen Institutionen hergestellt. Da die Herstellungsverfahren einen starken Einfluss auf die Anzahl und Stärke der Nukleationszentren und folglich auf das Relaxationsverhalten haben, werden sie im folgenden recht ausführlich beschrieben.

3.2.1 Probenherstellungsverfahren

Für die Herstellung der in dieser Arbeit untersuchten verspannten $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}$ -Proben wurden Gasphasenepitaxie (CVD) sowie Molekularstrahlepitaxie (MBE) benutzt. Die Proben wurden auf MBE und CVD-Anlagen des Instituts für Halbleiterforschung Frankfurt/O, des Fraunhofer Institut für Mikrosystemtechnik Dresden sowie der Firma Siemens München (jetzt Infineon) hergestellt.

Abscheidung durch MBE

Die Herstellung von Schichten mittels MBE wird meist bei der Herstellung einer geringen Anzahl von Wafern verwendet und ist daher in der Industrie kaum noch anzutreffen. Die mit MBE gewachsenen Proben wurden im Institut für Halbleiterforschung Frankfurt/O. hergestellt.

Im Ultrahochvakuum der MBE-Kammer ($<10^{-8}$ Pa) werden die durch Elektronenstrahl aus den Targets verdampften Si- und Germaniumatome auf dem (001)-orientierten 150 mm Siliziumwafer gewachsen. Zuvor wird meist eine Siliziumpufferschicht von 100 nm Dicke abgeschieden, um eine atomar ebene und saubere Oberfläche für die folgende SiGe-Epitaxie zu erhalten. Die Substrattemperatur beträgt zwischen 400 und 550 °C .

Zusätzlich wurde bei einigen Proben eine geringe Kohlenstoffdotierung eingestellt (Tabelle 3.1 S.93). Der Kohlenstoff wurde durch Sublimation aus einem Heizdraht freigesetzt und zusätzlich zum $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ abgeschieden.

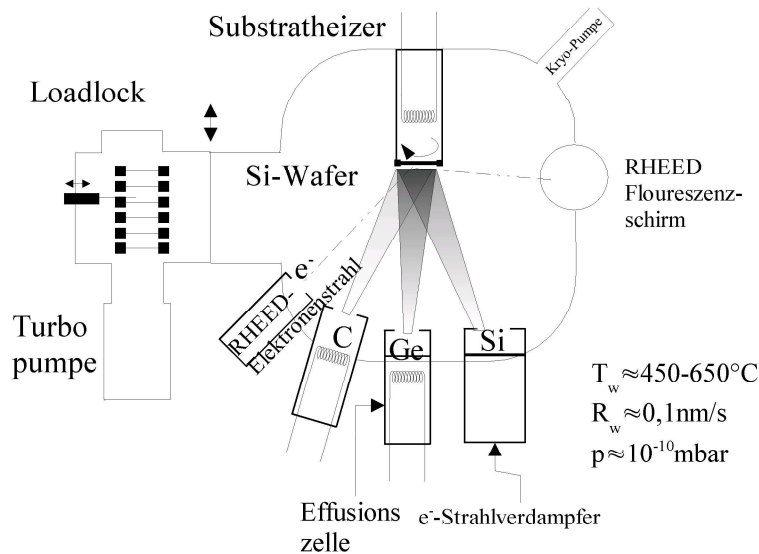


Abb. 3.28 Schema einer MBE-Anlage für die Epitaxie von SiGe-Schichten

Abscheidung durch CVD

Das **C**hemical **V**apor **D**eposition-Verfahren beruht auf einer chemischen Reaktion zwischen dem gasförmigen Precursormaterial²⁰ und dem Material, welches abgeschieden werden soll. Für die Epitaxie von Silizium wird unchloriertes oder chloriertes Silan verwendet. Dieses Molekül dissoziiert bei üblichen Reaktionstemperaturen über 500°C in einer reversiblen Reaktion, wobei Wasserstoffbindungen aufgebrochen werden.

Bei niedrigen Temperaturen ist es aufgrund der Molekülsymmetrie ist es sehr unwahrscheinlich, dass alle H-Bindungen gleichzeitig aufgebrochen werden und molekularer Wasserstoff entsteht. Wahrscheinlicher ist das Aufbrechen *einer* Bindung. Mit dieser ungesättigten Bindung kann sich das Molekül an ein freies Siliziumatom der Oberfläche anlagern. Der freigewordene atomare Wasserstoff bindet an ein anderes Siliziumatom der Oberfläche. In einem Wachstumsmodus, bei dem genügend freie Siliziumatome an der Oberfläche zur Verfügung stehen, hängt die Abscheiderate nur von der Konzentration der ankommenden Reaktanden ab. Normalerweise befinden sich jedoch durch H-Atome abgesättigte Bindungen an der Oberfläche. Man nennt diesen Effekt Wasserstoffpassivierung der Oberfläche. Sind alle Bindungen der Oberfläche durch H-Atome abgesättigt, hängt die Abscheiderate nicht mehr von der Konzentration der Reaktanden ab, sondern vom Frei-

²⁰ Ausgangsmaterial meist gasförmige Verbindung wie Silan

werden von Bindungen durch Desorption von Wasserstoff. In diesem sehr langsamen Wachstumsmodus ist die Geschwindigkeit der Abscheidung nicht mehr von der Konzentration der Reaktanden abhängig. Dieser Wachstumsmodus tritt bevorzugt bei geringen Temperaturen (500°C - 600 °C) auf. Analog zur Abscheidung von Silizium geht die Abscheidung von Germanium mit German (GeH₄) vonstatten.

Es gibt jedoch einen eklatanten Unterschied zur Abscheidung von Silizium. Der Wasserstoff ist sehr viel schwächer an die Germaniumatome der Oberfläche gebunden, was die Passivierung teilweise aufhebt und zu drastisch höheren Wachstumsraten führt, bei denen die Abscheidegeschwindigkeit wieder von der Konzentration der Reaktanden Silan und German abhängt, obwohl die typischen Abscheidetemperaturen etwa 600 °C betragen. Im folgenden werden einige Besonderheiten verschiedener CVD-Verfahren für die Abscheidung von Silizium Germanium-Schichten beschrieben.

Man unterscheidet die CVD-Verfahren nach dem verwendeten Arbeitsdrücken in UHVCVD, LPCVD und APCVD²¹. Die von Meyerson [Mey86] eingeführte Bezeichnung UHVCVD ist leicht irreführend. Die Reaktandendrucke liegen für diese Methode bei ca. 10⁻⁴ Pa, was ein schlechtes Hochvakuum darstellt. Die Partialdrücke der Restgase liegen dagegen aber mit unter 10⁻⁷ Pa auf „UHV-Niveau“. Wesentlich ist jedoch, dass im Reaktor der Partialdruck der Verunreinigungen auf diesem UHV-Niveau gehalten werden muss. Das bedeutet insbesondere zur Vermeidung einer Oxidschicht bei üblichen Abscheidungs-temperaturen von etwa 600 °C einen Reinheitsgrad bzgl. Wasserdampf von ungefähr 10 ppb. Die Arbeitsdrücke der Reaktionsgase liegen jedoch bei etwa 1 Pa.

RTCVD²² (Fraunhofer IMS Dresden und Infineon)

In diesem Verfahren wird die Schicht aus einem Silan-German-Wasserstoff-Gasgemisch bei einer Substrattemperatur von etwa 500-600 °C abgeschieden. Der Germaniumgehalt ergibt sich aus dem Verhältnis der Silan- und German-Partialdrücke.

Vor der Abscheidung werden die 100 mm-Siliziumsubstrate einer Hochtemperaturreinigung bei etwa 1000 °C zur Desorption von Verunreinigungen (hauptsächlich Entfernung

21 Ultra High Vacuum CVD, Low Pressure CVD, Atmospheric Pressure CVD

22 Rapid Thermal CVD

der Oxidschicht) unterzogen. Die mit dieser Epitaxie in Dresden hergestellten Schichten enthielten eine hohe Sauerstoffkonzentration ($>10^{19} \text{ cm}^{-3}$).

Diese CVD-Technik wird oft als RTCVD bezeichnet, da extrem hohe Heiz- bzw. Abkühlraten von 200 -1000 K/s erreicht werden. Damit wird das relativ langsame Aufheizen und Abkühlen konventioneller CVD-Reaktoren, wobei bereits polykristallines Material abgeschieden werden kann, vermieden. Die Arbeitsdrücke liegen typischerweise bei unter 1 Pa (LPCVD). Das Fraunhofer Institut verwendet etwa 100hPa Arbeitsdruck und ist damit zur sogenannten APCVD zu zählen. Sowohl bei Fraunhofer IMS als auch bei Infineon wird eine Applied Materials „Centura HT“-CVD-Anlage verwendet (Abb. 3.29). Der Wafer befindet sich noch auf Zimmertemperatur. Dann wird der Wafer sehr schnell auf die Wachstumstemperatur erhitzt. Die Aufheizzeit ist so kurz, dass während des Aufheizens keine Abscheidung von Polysilizium erfolgt. Die Abscheidezeiten liegen je nach Dicke der Epi-

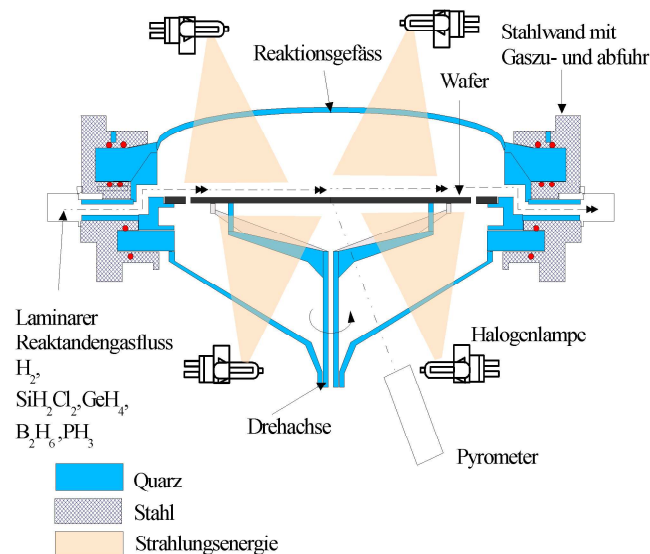


Abb. 3.29 Schema Reaktionsgefäß der LPCVD Anlage Centura HT von Applied Materials

schicht und laminarem Reaktandengasstrom bei einigen Minuten. Die Schwierigkeiten bei dieser Technik liegen erwartungsgemäß bei der Kontrolle der Prozesstemperatur. Dies ist auch der Grund für die noch geringe kommerzielle Verbreitung dieser Reaktoren.

selektive LPCVD verwendet von Infineon

Bei Infineon wird für die Bauelementherstellung die selektive CVD (SEG²³) benutzt, um auf kleinen Gebieten SiGe-Schichten abzuscheiden. Die selektive Epitaxie von Silizium wurde für SiGe-Schichten durch Noble weiterentwickelt [Nob90].

Dazu wird eine Maske aus Siliziumoxid oder -nitrid aufgebracht, oder aus einem früheren Prozessschritt liegen Fenster aus kristallinem Silizium in einer Maske aus Polysilizium frei. Bei der selektiven CVD wird der Ätzeffekt von Chlor ausgenutzt. Diese Methode wird in der Industrie benutzt, da sie es erlaubt, die Epitaxie als eine der letzten Prozessschritte einzusetzen, und so die verspannten SiGe-Schichten keinen unnötigen Tempereschritten auszusetzen, die zu Interdiffusion bzw. zu unerwünschter Diffusion von Dotierungen führen können. Es ist notwendig, eine starke Selektivität einzustellen, da ein Wachstum außerhalb der Fenster zu Leckströmen im Bauelement führen kann. Der Mechanismus läuft, wie im folgenden für Silizium beschrieben, analog auch für Silizium-Germanium-Mischkristalle ab.

Das gasförmige Tetrachlorsilan zerfällt in einer reversiblen Reaktion in Silizium und Chlor. Das freigesetzte Chlor ätzt Silizium. Die Abtragraten bei normalen Wachstumsbedingungen sind für kristallines Silizium sehr gering, so dass das Wachstum innerhalb der Fenster „normal“ verläuft. Zerfällt ein Dichlorsilanmolekül und scheidet sich ein Siliziumatom außerhalb des Fensters auf der Maske ab, so wird dieses nichtkristalline Silizium sehr schnell abgetragen. Das Resultat ist ein selektives Wachstum einer kristallinen Siliziumschicht innerhalb des Fensters.

Als Trägergas wird Wasserstoff verwendet. Als Silizium- bzw. Germaniumlieferanten dienen Dichlorsilan und German. Für die Bor- bzw. Phosphordotierung wird B₂H₆ und PH₃ verwendet. Vor dem Einbau werden die 150 mm-Siliziumsubstrate einer HF-Behandlung unterzogen. In der Anlage werden die Scheiben einer Temperung von 5 min bei 850 °C zur Desorption der Oxidschicht und der Entfernung weiteren Verunreinigungen unterzogen.

Der Sauerstoffgehalt der Schichten liegt unterhalb der Nachweisgrenze von $2 \cdot 10^{-18} \text{ cm}^3$ für SIMS²⁴. Die Anlage ist so konzipiert, dass zwischen jedem Wafer eine Reinigung der Kammer erfolgt und somit die Verunreinigungen nahezu ähnlich gering sind, wie bei der

23 Selectiv epitaxial growth

24 SIMS Sekundärionen-Massenspektrometrie auch Ionenstrahlmikroanalyse (ISMA) genannt

oben beschriebenen UHVCVD. Der typische Arbeitsdruck des Trägergases H_2 beträgt etwa 1 Pa. Dabei können maximale Flussraten von $1 \text{ m}^3/\text{min}$ beim Arbeitsdruck erreicht werden. Das eigentliche Reaktionsgefäß ist eine Quarzkammer, die durch Halogenlampen gleichmäßig erwärmt wird. In dieser Kammer rotieren die horizontal gelagerten Wafer bei der Abscheidung der Schichten um eine größere Homogenität der Epitaxieschicht zu erzielen. Die Gaszufuhr erfolgt so, dass sich ein horizontaler laminarer Gasfluss an der Waferoberfläche einstellt. Zur Temperaturkontrolle- und -regelung dient ein Pyrometer, welches die Temperatur der Unterseite der Wafer misst und über eine Regelung die Temperatur im Bereich zwischen 550 und 1100 °C auf weniger als $\pm 2 \text{ K}$ einstellen kann. Selektive Epitaxie kann auch bei Atmosphärendruck sowie mit der Gasphasen-MBE durchgeführt werden.

Dabei wird die Probenoberfläche im Hochvakuum mit einem Primär-Ionenstrahl (O, Cl, Ar u. a. Gase) beschossen, wodurch ionisierte Teilchen aus der Oberfläche herausgeschlagen werden. Die Sekundärionen werden wie in der Massenspektrometrie üblich analysiert

3.2.2 Probenparameter

Als Ausgangsmaterialien für die Temperexperimente wurden die auf (001)-orientiertem Silizium gewachsenen SiGe-Schichten verwendet. Die dabei eingesetzten Epitaxieverfahren wurden im vorigen Abschnitt bereits diskutiert. Als Ausgangsmaterial wurden dabei 100 mm-Wafer verwendet. Lediglich die von Infineon hergestellten Proben waren 150 mm Scheiben.

Die Proben lassen sich nach Hersteller bzw. Verfahren in Probengruppen einordnen:

Probengruppe A :

SiGe-Schichten, hergestellt nach dem RTCVD-Verfahren (Rapid Thermal Chemical Vapor Deposition). Die Schichtdicke betrug 63 bis 74 nm, der nominelle Ge-Gehalt 25%. Die Züchtungstemperatur betrug 500°C. Hersteller war das Institut für Halbleiterphysik/Frankfurt/O.

Von dieser Probengruppe stand nur am Beginn der Untersuchungen Material zur Verfügung (Proben E und K) .

Probengruppe B :

MBE-Schichten (Molecular Beam Epitaxy) mit Dicken von etwa 60, 90 und 120 nm und einem Ge-Gehalt zwischen 23 und 30%, Züchtungstemperatur: 500 °C. Hersteller war ebenfalls das Institut für Halbleiterphysik Frankfurt/O. Diese Proben wurden in verschiedenen Anlagen hergestellt bzw. stammen aus unterschiedlichen Konfigurationen der selben MBE-Anlage der Arbeitsgruppe von Prof. Osten.

Probengruppe C :

Schichten, die mit dem LPCVD-Verfahren hergestellt wurden (Low Pressure Chemical Vapor Deposition). Die Schichten wurden auf einer 95 nm dicken Si-Pufferschicht bei 615 °C abgeschieden. Ihre Dicke variierte in den Grenzen von etwa 20 bis 90 nm, der nominelle Ge-Gehalt betrug 23%. Hersteller war Infineon/München. Bei diesen Proben war die Differenz zwischen angegebenen und gemessenen Dicken-und Konzentrationswerten besonders groß. Dies ist auf den von den sonst verwendeten Prozessparametern abweichenden

Germaniumgehalt zurückzuführen. Es wurden sowohl kleinere als auch größere Werte als die angegebenen Schichtdicken ermittelt. Die Homogenität der Schichtdicke war dabei jedoch sehr gut. Die Abweichung von der mittleren Dicke betrug unter 5%. Die Ge-Konzentration wurde mittels Diffraktometrie zu (typisch) 28,5% bestimmt.

Probengruppe D:

LPCVD-Schichten, die bei 600 °C und 10 Pa gezüchtet wurden. Die Dicke betrug 50 und 95 nm, der Ge-Gehalt 24-25%. Der Hersteller war Fraunhofer IMS/Dresden. Von diesen Proben standen nur sehr wenige Proben zur Verfügung. Der beim Wachstum relaxierte Randbereich dieser Proben war sehr groß. Pro Wafer konnten so nur etwa 4 herauspräparierte Proben verwendet werden.

Für die Untersuchung über den Einfluss des Herstellungsverfahrens (bzw. der Punktdefektkonzentration) auf die Relaxation der Schichten wurden insbesondere die letzten drei Probengruppen verglichen. Insgesamt konnte festgestellt werden, dass auch die zu unterschiedlichen Zeiten gelieferten Ausgangsproben innerhalb einer Probengruppe offenbar nicht völlig identisch waren (z.B. Anzahl der Versetzungen im Randbereich, der „groben“ Keimbildungszentren für Versetzungen etc.). Dies lässt darauf schließen, dass im Verlauf der Untersuchungen auch Veränderungen (Verbesserungen) im Wachstumsprozess erfolgt sein mussten, über die aber vom Hersteller keine näheren Angaben gemacht wurden.

Alle Proben besitzen nominell eine (001)-Orientierung der Oberfläche mit einer vom Waferhersteller angegebenen Fehlschnitttoleranz von $<1^\circ$. Der Fehlschnitt sowie die Krümmung wurden überprüft. Alle gemessenen Proben hatten einen Fehlschnitt von unter 0.5° , typischerweise $0,3^\circ$. Die röntgenographisch ermittelten Krümmungsradien der bereits vereinzelt Proben lagen zwischen 70 und 120 m.

Der Germaniumgehalt wurde aus der mittels Diffraktometrie gemessenen effektiven Verzerrung bzw. der Gitterparameteränderung der Schicht bestimmt, unter der Annahme, dass diese nur vom Germaniumgehalt herrührt, da bei einigen Proben eine geringe Kohlenstoffdotierung eingebracht war.

Die Schichtdicken und der Germaniumgehalt wurde für alle Proben durch hochauflösende Diffraktometrie (ω - 2θ -Scan im 004-Reflex) aus den Schichtdickenoszillationen sowie dem Abstand des Schichtreflexes vom Substratreflex durch Simulation bestimmt. Die dabei erzielte relative Messgenauigkeit liegt für den Germaniumgehalt bei 0,3%. Schichtdicken lassen sich mit einer relativen Genauigkeit von 1% bestimmen.

Aus der Vielzahl der vorhandenen Proben wurden für die Untersuchungen zur Versetzungskinetik Proben ausgewählt. Tabelle 3.1 enthält eine Übersicht über diese Proben.

<i>Proben- nummer</i>	<i>Germaniumgehalt $X_{\text{eff}}[\%]$</i>	<i>Dicke $D[\text{nm}]$</i>	<i>Epitaxie</i>	<i>Wachs- tums- temperatur $T_w[^\circ\text{C}]$</i>	<i>Kohlen- stoffgehalt $y[\%]$</i>
C	25.7	120.2	MBE	550	
E	24.9	63.4	RTCVD	500	
K	29.8	117.1	RTCVD	500	
D1119	25.4	75.4	MBE	400	
D1120	25.4	90.1	MBE	400	
D1121	25.4	120.3	MBE	400	
D966	21.82	90.1	MBE	500	0.32%
D670	23.83	59.2	MBE	500	
D671	23.05	94.9	MBE	500	0.09%
D673	23.93	91.3	MBE	500	
PF916324/04	28.5	48.1	LPCVD	615	
PF916324/07	28.5	67.3	LPCVD	615	
PF916324/08	28.5	74.2	LPCVD	615	
PF916324/09	28.5	80.1	LPCVD	615	

Tabelle 3.1 Übersicht über Proben an denen Versetzungsgeschwindigkeiten bestimmt wurden

3.2.3 Probenpräparation

Alle Proben wurden in Form ganzer oder viertel Wafern mit Durchmessern von 100 oder 150 mm zur Verfügung gestellt. Im Hinblick auf die notwendige Untersuchung möglichst identischer Proben bei verschiedenen Temperbedingungen, wurden die Wafer in eine große Anzahl kleiner quadratischer Proben mit einer Kantenlänge von circa 15 mm zerteilt. Dazu wurden sie rückseitig mit einem Diamant geritzt und danach durch Bruch entlang $\langle 110 \rangle$ vereinzelt. In der Regel wurden die Scheiben zuvor topographiert und Proben mit einer großen Zahl von Versetzungen (z.B. aus dem Randbereich der Scheiben) für weitere Untersuchungen ausgeschlossen. Da der Rand der Wafer (ca 1.5 cm) sowohl bei CVD- als MBE-Proben im allgemeinen nicht versetzungsfrei ist, wurden nur versetzungsfreie Teile der Epitaxieschicht aus der Mitte der Wafer als Proben verwendet. Es erwies sich, dass die Abmessung der vereinzelt Proben günstig gewählt war, d.h. groß genug, um den Randeinfluss in Grenzen zu halten und klein genug, um hinreichend viele, praktisch identische Proben zur Verfügung zu haben. Ausserdem ist die Wahl einer kleinen Probengröße im Hinblick auf die Homogenität der Temperatur während der Temperung günstig.

Alle Messungen konnten nicht unter Reinraumbedingungen durchgeführt werden. Leider erwies sich das als Problem für nachfolgende Untersuchungen mittels AFM.

Ein Teil der Proben wurden mit einem Excimerlaser mit maskenabbildender Technik bearbeitet. Dazu wurde auf dem kompletten Wafer ein zueinander senkrecht zu den $\langle 110 \rangle$ Richtungen paralleles Linienmuster mit der Absicht aufgebracht, definierte Quellen für die Nukleation von Misfitversetzungen zu schaffen. Das Linienmuster weist unterschiedliche Feldgrößen auf. Der Laser wurde für die Bearbeitung der Proben in der Abbildungsebene auf 20 μm fokussiert. Die benutzte Wellenlänge des Lasers lag bei 193 nm (Kryptonfluorid-Gasgemisch) und die Energiedichte bei $2.1 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$. Die Pulslänge betrug jeweils 25 ns. Für die Bestimmung der notwendigen Energiedichte für das Induzieren von Versetzungsquellen wurden Vorversuche mit unterschiedlicher Laserintensität in äquidistanten Stufen von 1 bis 15 (entspricht 0.55 J/cm^2 bis 3.26 J/cm^2) durchgeführt, wobei der größte erreichbare Wert von 15 J/cm^2 bereits zum deutlichen Aufschmelzen der Schicht geführt hatte.

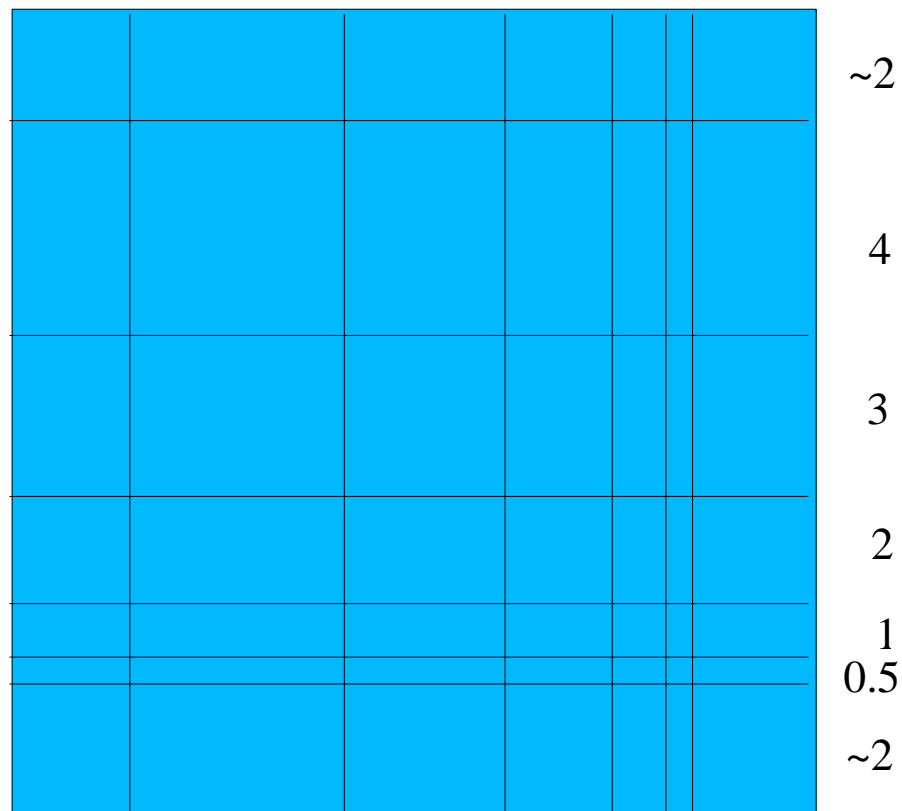


Abb. 3.30 Auf die Proben aufgebrachtes Muster von mittel Laser geschriebener Linien . Die Breite der Linien beträgt $20\text{ }\mu\text{m}$. Die Maskenlänge betrug $750\text{ }\mu\text{m}$. Bei einigen Proben wurden die Linien nicht durchgehend aufgebracht.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Gleitgeschwindigkeit

Sowohl mit dem oben beschriebenen in-situ-Topographieverfahren als auch mit der Kurzzeittemperung (mit Einschränkungen) ist es möglich, die Gleitgeschwindigkeit von Misfitversetzungen zu bestimmen. Zunächst wurde erwartet, dass sich signifikante Unterschiede bei den verschiedenen Probensorten ergeben. Dies war aber nicht der Fall. Selbst der Einfluss von Kohlenstoff-„Dotierungen“ war marginal. Die Abweichungen von der aus TEM-Messungen von verschiedenen Gruppen bestimmten Geschwindigkeit (z.B. [GIB91] [HOU91] [HBB91]) war gering.

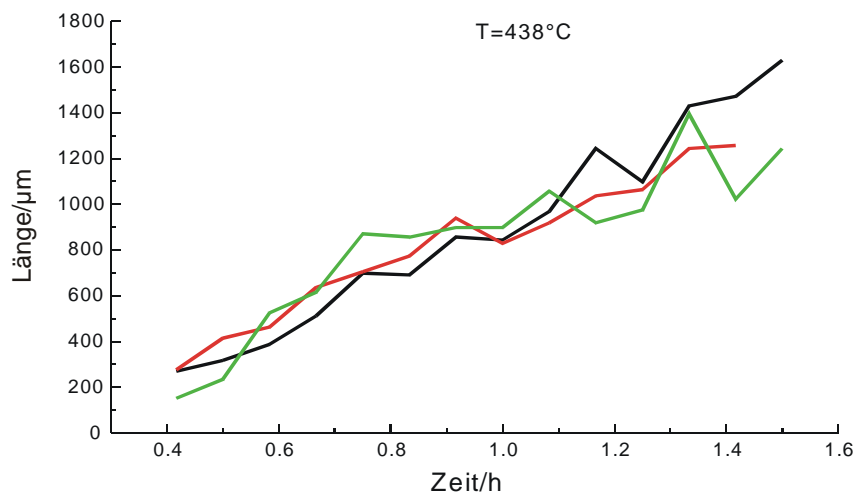


Abb. 4.1 Messung der Versetzungslänge von typischen Versetzungen auf der Probe C $d = 74 \text{ nm}$ und $x = 24,9\%$ Die Geschwindigkeit ergibt sich aus dem gemittelten Anstieg/2. Die Geschwindigkeit wird als konstant angenommen, kann sich jedoch bei weiterer Relaxation verringern

Die erhaltenen Messwerte lagen immer unterhalb der erwarteten Werte. Ein Einfluss durch natürliche Probenoxidation kann leider nicht ausgeschlossen werden, da die Proben an Luft aufbewahrt wurden. Es wurde versucht, die zusätzliche Oxidation bei der Temperung durch Spülen der Öfen mit trockenem Stickstoff zu verringern.

Die Bestimmung der Geschwindigkeit war bei den ersten Proben sehr aufwändig, da die Nukleationskeime sehr ungleichmäßig auf den Proben verteilt waren. Es fehlten zusätzliche Orientierungshilfen auf der Probe bzw. dem Topogramm.

Im Abb. 4.1 ist beispielhaft die Messung von Versetzungslängen an einer Probe aus Probengruppe A) dargestellt.

Für die Messung der Versetzungslängen wurden, soweit möglich, nur Versetzungen gewählt, die nicht in Bereichen hoher Versetzungsdichte lagen. Zunächst wurden die Topogramme bzw. Ausschnitte davon digitalisiert. Da es nur selten gelingt, auf dem ersten Topogramm, welches vor der Temperung aufgenommen wurde, den Nukleationskeim zu identifizieren, wurden die Längen des Misfitsegmentes aufeinanderfolgender Topogramme ausgemessen. Dabei ergibt sich eine Ungenauigkeit durch die sehr unterschiedlichen Arbeitspunkte und den damit sehr unterschiedlichen Versetzungscontrast. Da sich teilweise während der Aufnahmen der Arbeitspunkt des Topogramms verschoben hatte, war es schwierig, wirklich dieselben Versetzungen auf den Topogrammen wiederzufinden, weil sich ihr Contrast stark änderte. Dies führte zu dem im Diagramm 4.1 dargestellten nicht-monotonen Verhalten. Trotz dieser Schwierigkeit gelang es geeignete Versetzungen zu verfolgen, wie in Abb. 4.2 dargestellt.

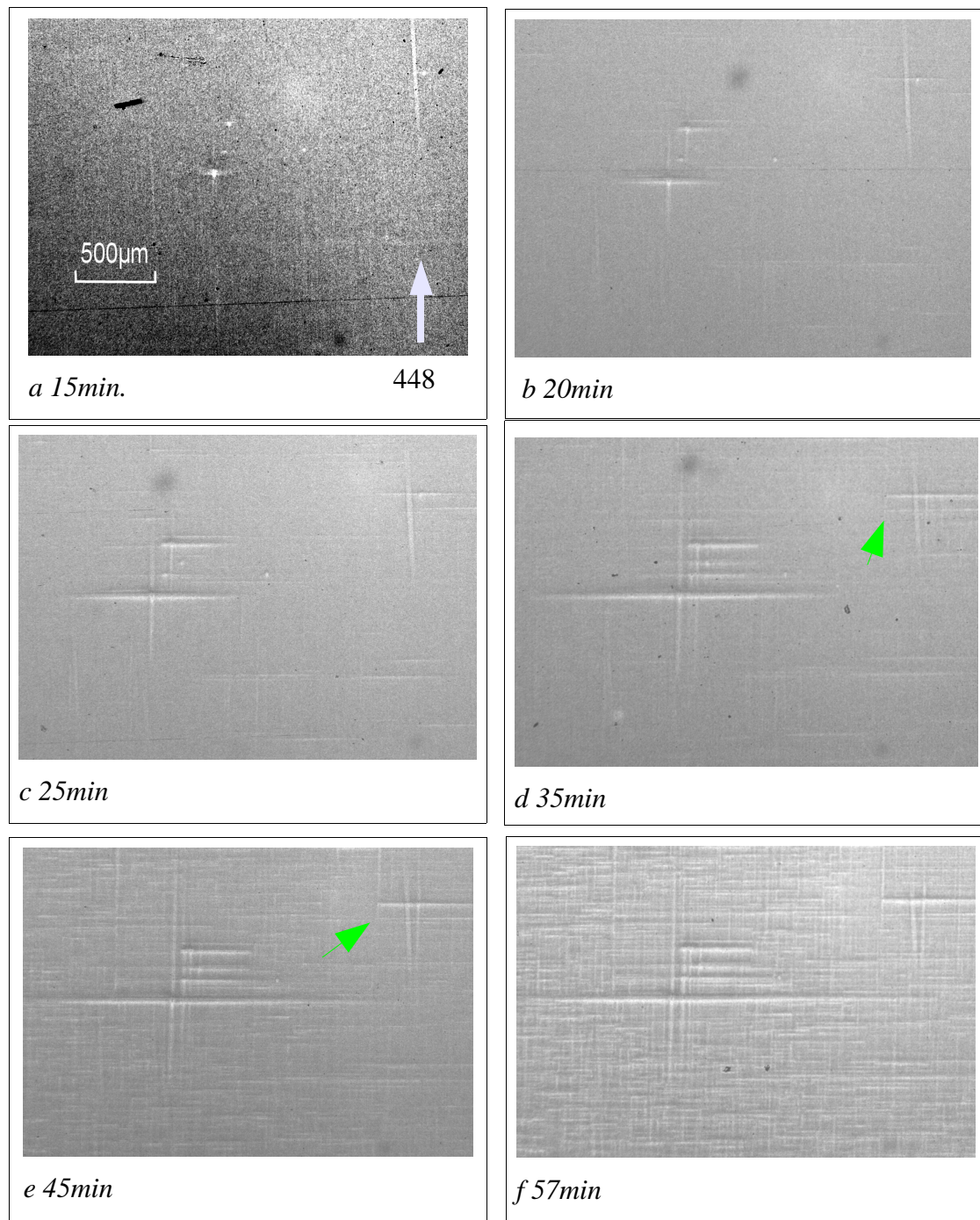


Abb. 4.2 a - f Topogrammserie der Probe D673/19 Probengruppe B $d = 91 \text{ nm}$ $x = 24\%$ bei 520°C Die meisten Versetzungssegmente verlängern sich im Laufe der Temperung, wogegen manche gestoppt werden (d,e grüner Pfeil), auf Bild f ist ein Umschlag zu feineren Versetzungsbündeln beobachtbar

Auf dem letzten Topogramm der Serie in Abb. 4.2 ist deutlich zu erkennen, dass bereits feinere Versetzungscontraste erkennbar werden. Eine genauere Diskussion dazu im Abschnitt zu Nukleation (Kap. 4.2).

Eine Schwierigkeit bestand in der exakten Feststellung der Begrenzung des Misfitsegments. Das durchstoßende Segment ist auf Grund seiner geringen Ausdehnung nicht beobachtbar. Die Versetzungen zeigten üblicherweise eine Verjüngung der Linienbreite zum Versetzungsende. Wie sich herausstellte, gehen von den sehr groben Defekten (in Abb. 4.3) Versetzungsbündel aus. Die Verjüngung des beobachteten Kontrastes kann man sich mit dem Zurückbleiben von Versetzungen erklären die innerhalb eines Bündels unterschiedliche Geschwindigkeiten aufweisen. Diese Beobachtung deckt sich mit den Ergebnissen von Hull [HBB91], der eine starke Streuung der Versetzungsgleitgeschwindigkeit zwischen den einzelnen Versetzungen beobachtete (200 - 300%). Wurde dagegen eine einzelne Versetzung verfolgt, so ergab sich eine sehr geringe Streuung der Messwerte.

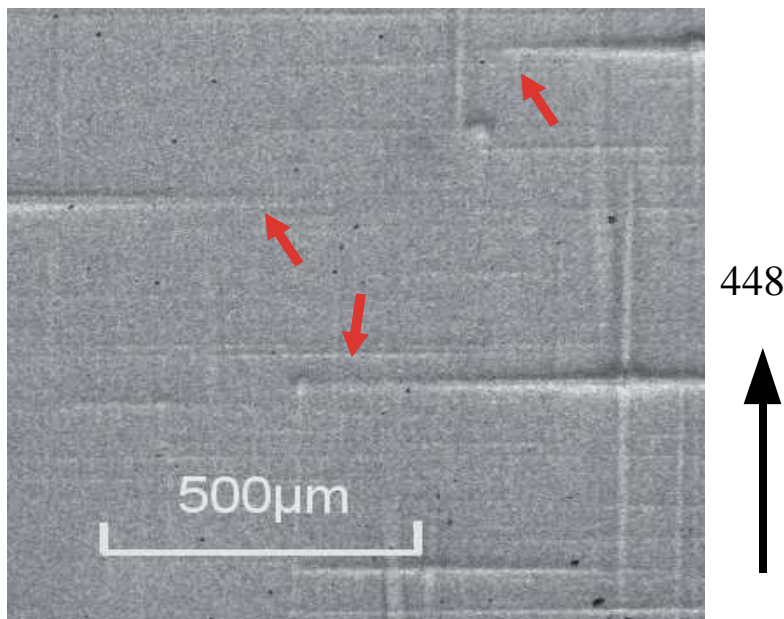


Abb. 4.3 Probe D673-19 im 448-Reflex aufgenommen

Die Pfeile kennzeichnen, die sich verjüngende Spitze von Versetzungsbündeln

Eine solche Streubreite konnte für verschiedene Bündel nicht belegt werden, siehe Abb. 4.1. Deshalb wurden für alle anderen Auswertungen nicht mehr die Versetzungsgeschwindigkeiten der Einzelbündel angefüttet, sondern jeweils ein Scharmittel verwendet.

Die Messung der Länge des Misfitsegmentes wurde auf den zur Verfügung stehenden Topogrammserien fortgeführt bis entweder die Versetzung auf querlaufende Versetzungen traf bzw. die Versetzungsdichte für eine Auswertung zu hoch wurde. Lineare Versetzungsdichten $\rho \approx 1000 \text{ cm}^{-1}$ sind aufgrund der begrenzten Auflösung der Röntgentopographie gerade noch auswertbar. Zunächst wurde bei der Messung von Einzelversetzungen ausgegangen. Schnell wurde deutlich, dass es sich stets um Versetzungsbündel handelte, die mit annähernd gleicher Geschwindigkeit gleiten. Dabei wurde die Zahl der in einem Bündel enthaltenen Versetzungen aus dem Versetzungskontrast auf ca. 10 Versetzungen abgeschätzt. Dies wurde durch die höherauflösenden AFM-Aufnahmen dieser Proben bestätigt.

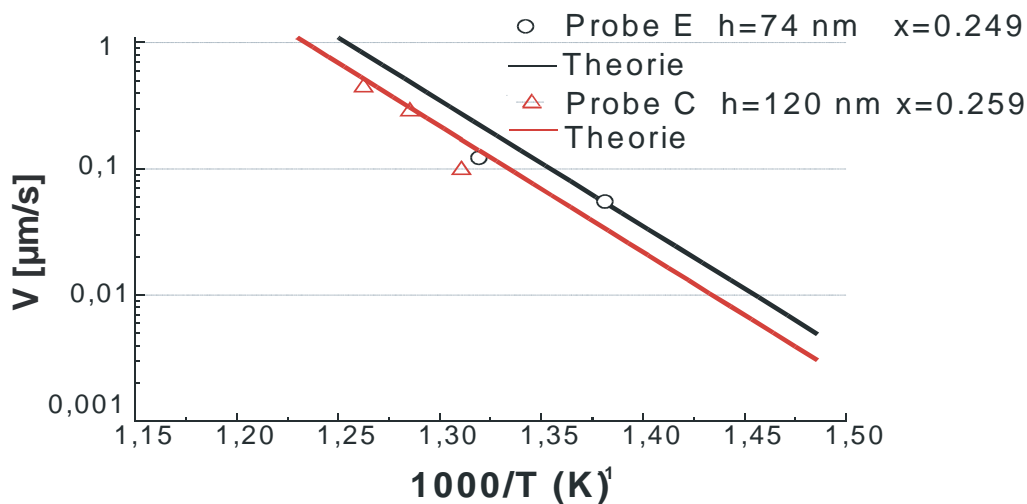


Abb. 4.4 Arrheniusdarstellung der Gleitgeschwindigkeit v für Proben der Probengruppen B und A (Probe C MBE, Probe E). Die durchgezogenen Linien sind die nach Formel 2.26 berechneten Werte nach [TuG90], die die beste Anpassung an deren Messungen mittels TEM darstellen.

In Abb. 4.4 sind die Ergebnisse der ersten in-situ-Messungen dargestellt. Die Topogramme wurden nur auf Film (Kodak HR) aufgenommen. Da die Proben der Probengruppe A nur sehr wenige starke Defekte aufwiesen, wurde davon ausgegangen, auch Topogramme der ersten Proben der Gruppe B gut auswerten zu können. Diese wiesen aber sehr schnell eine hohe Dichte an Misfitversetzungen auf.

Die Auswertung für die ersten Proben der Probengruppe C war sehr schwierig, da kaum noch frei gleitende Versetzungen aufzufinden waren. Auch das Wiederauffinden des selben Probenortes auf den Röntgentopogrammen ließ sich nicht immer realisieren. Die Ergebnisse sind in Diagramm 4.4 dargestellt.

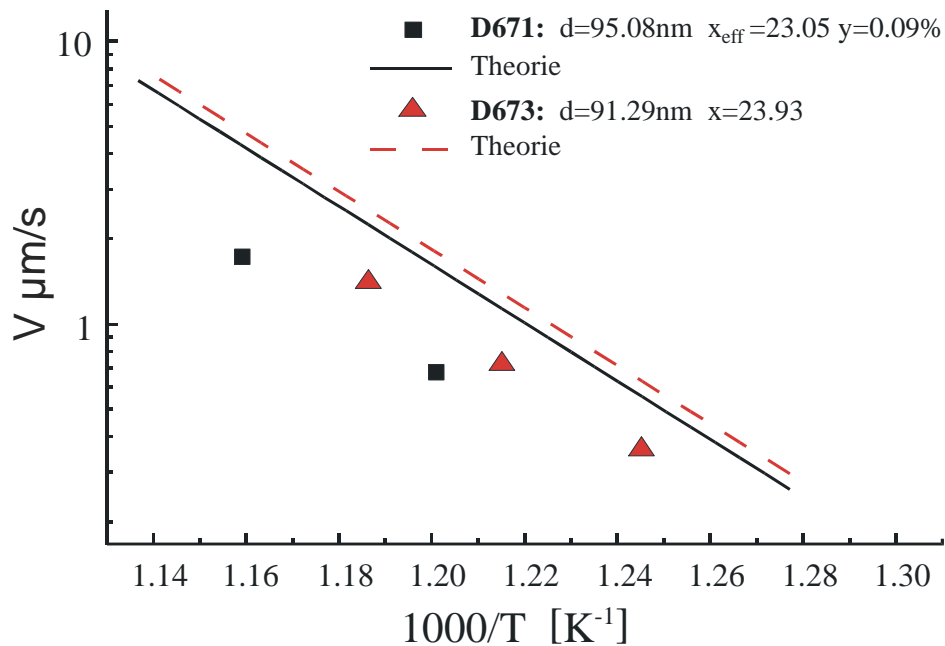


Abb. 4.5 Gleitgeschwindigkeit für Proben die mittels MBE (Probengruppe B) hergestellt wurden Theorie: Vergleich mit aus Werten nach Gl. 2.26 bestimmten Geschwindigkeiten

Um festzustellen ob eine Kohlenstoffdotierung, welche die Verspannung herabsetzt, weitergehende Auswirkungen auf die Gleitgeschwindigkeit hat, wurde mehrere Proben mit einer sehr geringen Menge Kohlenstoff dotiert. Der Kohlenstoffgehalt betrug nach Herstellerangaben 0,09% . Kohlenstoff auf Gitterplätzen setzt die Verspannung aufgrund des „kleineren“ Atoms ohne signifikante Abnahme der Ladungsträgerbeweglichkeit herab und wird bereits erfolgreich bei Herstellung pseudomorpher Schichten für Bauelemente [POW94] verwendet. Wie in der Abb. 4.5 zu erkennen, weicht die mit Kohlenstoff dotierte Probe stärker von den theoretischen Werten nach [TuG90] ab. Der niedrigere Kohlenstoffgehalt verringert die Gleitgeschwindigkeit gegenüber der undotierten Probe um den Faktor 0,7 .

Die Messergebnisse in Abb. 4.5 für die MBE Proben zeigten nur eine geringe Abweichung von der theoretischen Kurve. Diese Proben hatten bereits einen geringeren Anteil an Defekten, was man auf nicht näher bekannte Änderungen beim Wachstum zurückführen kann. Hier ließen sich über einige Topogramme hinweg die Versetzungssegmente gut verfolgen. Die Bestimmung der Gleitgeschwindigkeit wurde ebenfalls an den Proben der Probengruppen C und D, welche durch das CVD-Verfahren hergestellt wurden, durchgeführt. Die folgenden Diagramme zeigen die Versetzungsgleitgeschwindigkeiten für verschiedene mit LPCVD hergestellte Proben der Probengruppen C und D. Dabei fällt auf, dass die Probe mit 96 nm Schichtdicke bei hohen Geschwindigkeiten stark vom theoretischen Wert abweicht. Das kann mit der bereits fortgeschrittenen Relaxation und dem Einfluss von kreuzenden Versetzungen erklärt werden. Ein direktes Absinken der Gleitgeschwindigkeit bei der Annäherung an eine querlaufende Versetzung konnte nicht beobachtet werden.

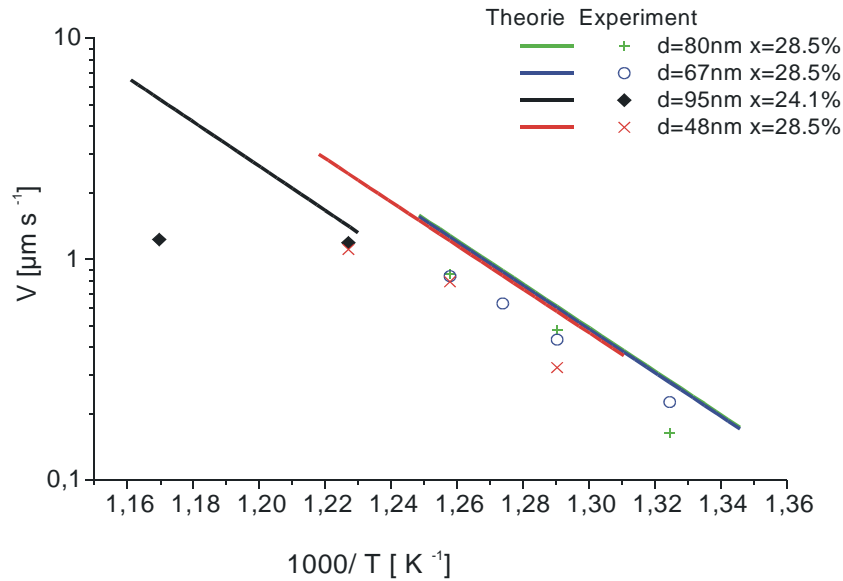


Abb. 4.6 Ausbreitungsgeschwindigkeit von Misfitversetzungen für Proben, bei den die SiGe-Schicht mittels CVD gezüchtet wurde (bei dem am weitesten von den theoretischen Kurven abweichenden Punkt gibt es Anzeichen, dass der Gleitprozess bereits von kreuzenden Versetzungen behindert wurde). durchgezogene Linien: Vergleich mit aus Werten nach Gl. 2.26 bestimmten Geschwindigkeiten

Im Vergleich mit den Messwerten die durch in-situ-TEM (siehe Kap. 2.6) vor allem durch [TuG90] erhalten wurden fällt auf, dass alle Messwerte unterhalb der danach erwarteten Kurve liegen. Dies könnte durch eine Oxidschicht erklärt werden, die einen zusätzlichen Widerstand für die Versetzung darstellt und durch eine gewisse Zähigkeit die Bewegung des durchstoßenden Segmentes behindert. Aus der Literatur sind keinerlei Rechnungen für die Einbeziehung der Oxidschicht in den Gleitmechanismus bekannt. Für eine bessere Anpassung gemäß Formel 2.26 kommt nur der exponentielle Vorfaktor $B S \sigma_{ex}^m$ in Frage. Dabei sind jedoch B und S materialabhängige Konstanten. Als Fitparameter in 2.26 bleibt nur noch der Exponent m für die Überschussspannung, der für die obigen Kurven mit 1 gewählt wurde. Für die Einbeziehung einer dickeren Oxidschicht ist ein angepasstes Modell notwendig.

Eine andere Interpretation der geringeren Versetzungsgeschwindigkeiten im Vergleich zu TEM-Untersuchungen erschließt sich aus einer Arbeit von Yonega et al. [YWW99]. Bei den HVTEM Untersuchungen gelang dort der Nachweis der Verringerung der Aktivierungsenergie für die Ausbildung von Kinken in SiGe durch den Einfluss einer dabei erzeugten hohen Dichte von Elektronen-Loch-Paaren. Dies führte zu einer erhöhten Geschwindigkeit im Vergleich zu Messungen ohne Elektronenstrahl.

Durch die Auswertung von Aufnahmeserien konnte die Versetzungsgeschwindigkeit sehr genau bestimmt werden. Die aus den Differenzen der Messungen an verschiedenen Versetzungen derselben Serie bestimmten Fehlerbalken zu den Abb. 4.4, 4.5 und 4.6 wären etwa so groß wie die Symbole.

Der Fehler in der gemessenen Temperatur ist wie bei der Ofeneichung beschrieben bestimmt worden. Unter der Annahme eines konstanten Temperaturoffsets im Bereich zwischen 500 und 600 °C ist der statistische Fehler bei der Temperaturmessung so klein, dass der Fehlerbalken für die Temperaturachse kleiner ausfiel als die gewählten Symbole.

Entscheidend ist der Messfehler der Temperatur von ± 2 K. Bei wiederholter Temperung könnten Fehler durch das Abkühlen und Aufheizen zwischen den Messungen auftreten. Diese Fehlerquelle ist bei den Synchrotronmessungen ausgeschlossen, da alle Topogramme einer Serie während einer einzigen Temperung zu verschiedenen Zeiten aufgenommen wurden.

Die Temperaturmessung anderer Gruppen [HBB91] geht von einer Genauigkeit von ± 30 K aus. Dabei wurden mehrere Fixpunkte benutzt, deren Abweichungen von der Eichgerade sehr groß waren. Für die Messung der Geschwindigkeit bedeutet diese Unsicherheit bei der Temperaturmessung eine Verschiebung auf der reziproken Temperaturskala der obigen Arrheniusplots und demnach auch einen entsprechenden Fehler in der Versetzungsgeschwindigkeit. Bei den Messungen der Versetzungslängen lag der Fehler bei der Längenmessung stets unter 10% .

Die Auswertung war zwar aufwändig und zeitraubend, lieferte aber sehr verlässliche Ergebnisse. Insbesondere durch die Messungen an Proben, die mit Kohlenstoff dotiert waren, wurde festgestellt, dass der Einfluss der Punktdefekte vergleichsweise gering ist.

Nach diesem Resultat wurde bei den nachfolgenden in-situ-Experimenten zwar weiterhin die Gleitgeschwindigkeit gemessen, das Schwergewicht aber insbesondere auf Versetzungswechselwirkungen während der Temperung und die gezielte Nukleation gelegt. Die

Messungen der Gleitgeschwindigkeiten für die Probengruppen C und D erfolgten mit dem Kurzzeitempervverfahren, welches in Abschnitt 3.1.10 beschrieben ist.

4.2 Nukleation

Der Matthews-Blakeslee-Formalismus setzt eine gewisse Dichte an bereits vorhandenen Defekten in der Schicht voraus. Dies ist denkbar, wenn es sich um sehr defektreiche Substratmaterialien wie die ersten GaAs-Substraten handeln würde. Die heutigen Siliziumsubstrate sind versetzungsfrei. Außerdem kann mit Hilfe von Pufferschichten von etwa 100 nm Dicke eine sehr gute defektfreie Oberfläche erzielt werden. Entscheidend ist, dass keine durchstoßenden Segmente an die Oberfläche gelangen, auf der dann das Schichtwachstum erfolgen soll.

Für $x = 25\%$ ergibt sich ein minimaler mittlerer Abstand zwischen den Versetzungen von $p_{\min} \approx 20$ nm bei vollständiger Relaxation. Für einen 100 mm-Wafer sind bei dieser Fehl-anpassung etwa $2 \cdot 10^7$ separate Versetzungen, die von einem Waferrand zum anderen durchlaufen, notwendig um vollständige Relaxation zu erreichen.

Die Zahl der Quellen für Versetzungen muss aber für eine vollständige Relaxation viel höher sein, da die Versetzungen fast nie über den gesamten Wafer laufen, sondern vorher aufgehalten werden. Außerdem steht nicht genügend Zeit für das Gleiten der Versetzungen zur Verfügung. Wie im vorherigen Abschnitt beschrieben liegen die gemessenen Versetzungsgeschwindigkeiten bei 550 °C etwa im Bereich 0,1-1 $\mu\text{m/s}$. Nach einer Abschätzung von Hull sind für 10% Relaxation bereits enorm hohe Defektdichten von 10^7 cm^{-2} und Nukleationsraten von $10^3 \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ [HuB99] notwendig.

Für die Nukleation von Misfitversetzungen kommen verschiedene Möglichkeiten in Betracht:

- (a) Heterogene Keimbildungszentren wie Wachstumsartefakte oder Substratdefekte.
- (b) Homogene Keimbildung bzw. spontane Nukleation von Versetzungsschleifen
- (c) Multiplikation von Versetzungen durch Pinning²⁵ und/oder Wechselwirkung mit anderen Versetzungen.

Diese möglichen Quellen sollen im folgenden diskutiert werden.

²⁵ unter Pinning versteht man das Festhalten eines Versetzungsteilsegmentes im Spannungsfeld anderer Versetzungen. Meist wird das Durchstoßsegment festgehalten

(a) heterogene Nukleation

Als heterogene Nukleationszentren werden Quellen bezeichnet, die sich innerhalb der Schicht befinden und von der idealen Struktur abweichen.

Als mögliche Verursacher für die Bildung solcher Quellen kommen Oxid- bzw. Karbidreste in Frage, die nicht bei der Hochtemperaturreinigung entfernt wurden. Eine weitere Möglichkeit ist das Einwachsen von Partikeln beim Schichtwachstum. Häufig werden Einschlüsse von polykristallinem Silizium beobachtet, die eine Größe von einigen 100 nm bei Dichten von 10^3 cm^{-1} haben [HuB99]. Ähnliche Einschlüsse konnten von uns beobachtet werden, jedoch waren diese um einiges größer (siehe Abb. 4.7) .

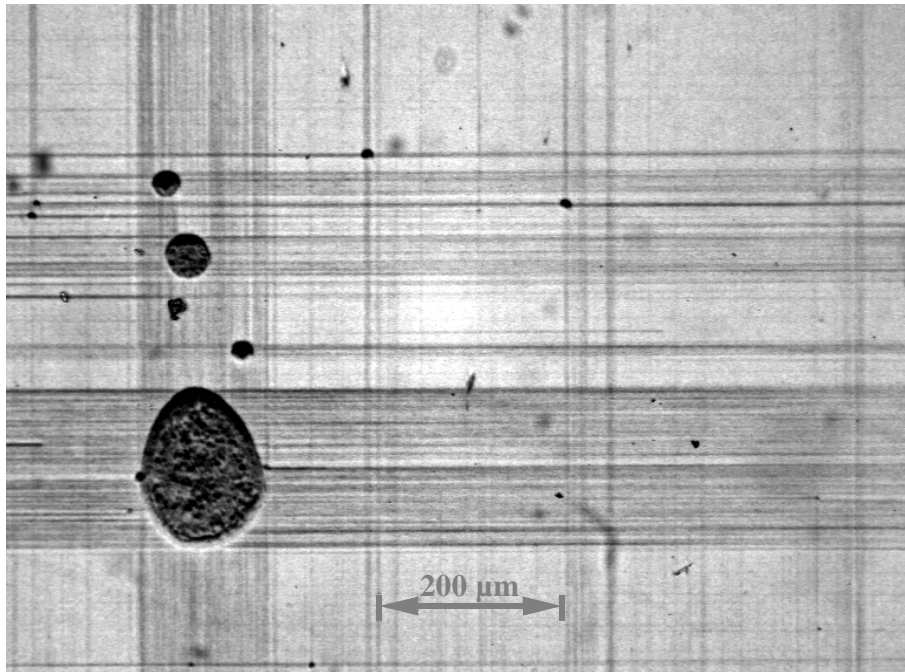


Abb. 4.7 Große Einschlüsse die als Versetzungsquellen aktiv sind. Es bildeten sich starke Versetzungsbündel an diesen Defekten. Diese Defekte sind untypisch und nur in wenigen Proben beobachtbar

Weiterhin sind als mögliche heterogene Quellen Kupferverunreinigungen [HKG91] und $1/6\langle 114 \rangle$ Stapelfehler mit Größen um 100 nm als Quellen für 60° -Misfitversetzungen beobachtet worden [EKH89]. Jede dieser Quellentypen ist bei ausreichender Dichte in der Lage eine nahezu vollständige Relaxation zu erzeugen. Die Quellendichte sollte bei den heutigen Epitaxieanlagen jedoch problemlos kontrollierbar sein, so dass diese Quellen nicht zu vollständiger Relaxation der Proben führen können. Für geringe Relaxationsgrade weit unter 1% spielen sie jedoch eine entscheidende Rolle, da zunächst Versetzungen ent-

stehen müssen, wobei dann bei weiterer Relaxation auch Versetzungsmultiplikation einsetzt. Es gibt Hinweise, dass die Relaxation bei anderen Materialsystemen [BKC95] ein solches mehrstufiges Verhalten zeigt.

(b) homogene Nukleation

Homogene Nukleation von Misfitversetzungen hat ihre Ursache allein in der Verspannung der Schicht. Diese Mechanismen wurden bereits ausgiebig untersucht (z.B. [PeH92]). Der Mechanismus der spontanen Nukleation von Versetzungsschleifen in der Schicht bzw. von Versetzungshalbschleifen von der Oberfläche der Schicht aus, tritt nur bei sehr großen Verspannungen auf, da die homogene Nukleation mit einer hohen Aktivierungsenergie verbunden ist. Die spontane Ausbildung von Oberflächenstufen wurde in Simulationsrechnungen untersucht. Die dafür notwendige Energie steigt für geringe Germaniumgehalte sehr stark an und beträgt für $x = 25\%$ etwa 100 eV ([HuB88] [Hou91] Abb. 4.8)

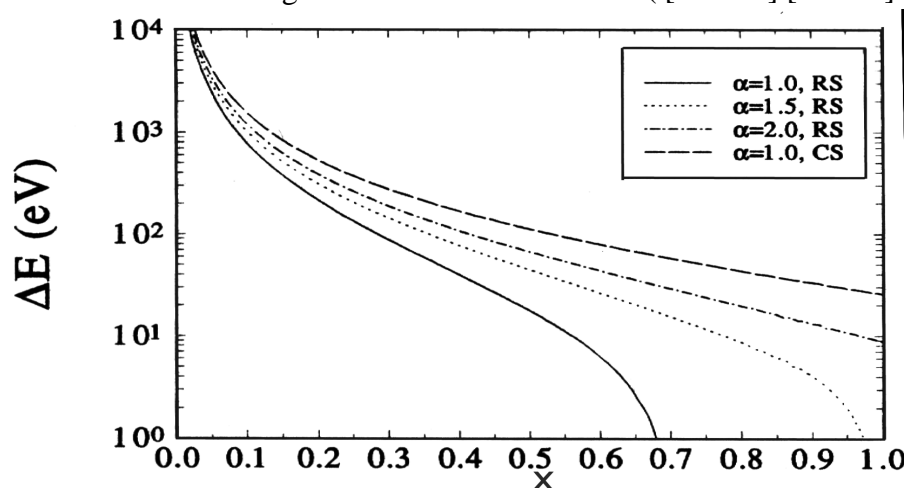


Abb. 4.8 Für die Entstehung von Versetzungshalbschleifen (60° -Misfitversetzung) durch die Bildung bzw. die Entfernung von Stufen an der Oberfläche sind für geringe Germaniumgehalte sehr hohe Aktivierungsenergien von mehreren 100 eV notwendig (CS-spontane Stufenerzeugung, RS-Verschwinden von vorhandenen Stufen α - Versetzungskernparameter) [HuB88] [HuB99]

Die Aktivierungsenergie kann aber durch lokale Schwankungen der Germaniumkonzentration bereits auf 5 eV sinken. Entmischungsverhalten ist leider nur sehr schwer nachweisbar könnte aber eine Rolle spielen. Das Auftreten eines solchen Mechanismus ist damit für die hier untersuchten Proben ziemlich unwahrscheinlich.

(c) Multiplikation

Als weitere mögliche Quelle für neue Versetzungen werden Multiplikationsmechanismen diskutiert. Diese Mechanismen beruhen auf der Idee einer regenerativen Quelle (Abb. 4.9), die in der Lage ist, fortlaufend neue Versetzungsschleifen zu generieren.

Der Mechanismus sogenannter Frank-Read-Quellen beruht auf dem Festhalten eines Versetzungssegments an zwei Punkten. Es entsteht ein begrenztes Teilstück einer Versetzungslinie. Unter dem Einfluss einer Schubspannung kann dieses Versetzungsstück sich innerhalb seiner Gleitebene ausbreiten. Zunächst erfolgt diese Ausbreitung halbkreisförmig. Wird die Versetzungshalbschleife größer, kann sie sich entsprechend Abb. 4.9 rückwärtig ausbreiten. Dabei treffen bei weiterer Vergrößerung, die Segmente wieder aufeinander und können miteinander reagieren. Dabei entsteht dann ein Versetzungsring, der sich innerhalb der Gleitebene weiter ausbreitet, sowie das an den Endpunkten festgehaltene Versetzungssegment. Auf diese Art und Weise kann dieser Mechanismus (nahezu beliebig) viele Versetzungsschleifen erzeugen.

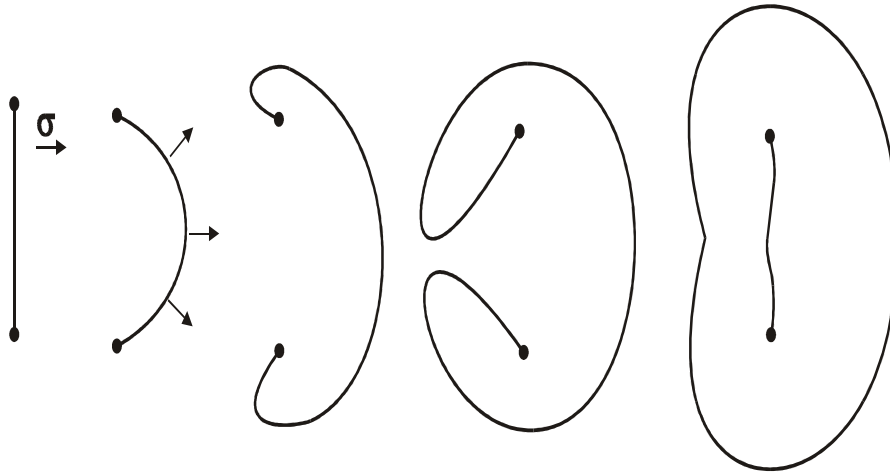


Abb. 4.9 Schematische Darstellung der Versetzungsmultiplikation durch den Frank-Read-Mechanismus

In der Arbeit von Hagen und Strunk [HaS78] wird ein Mechanismus für das System Germanium auf Galliumarsenid beschrieben. Recht gut belegt ist das Auftreten von Multiplikation in gradierten SiGe-Schichten. Ein modifizierter Frank-Read-Mechanismus wird von LeGoues vorgeschlagen [LMM91] [LMM92].

4.3 Experimentelle Ergebnisse zur Nukleation

Aus verschiedenen Vorarbeiten unserer Arbeitsgruppe war bekannt, dass die Nukleation von Misfitversetzungen in SiGe/Si-Schichten offensichtlich sehr inhomogen erfolgt. Diffraktometrische Untersuchungen lieferten Hinweise auf Abweichungen der z-Komponenten des Burgersvektors von einer Gleichverteilung [KAG97]. Die Kontraste der ersten Röntgentopogramme gaben weitere Anhaltspunkte für die Vermutung, dass es sich im wesentlichen um heterogene Nukleation handelt. Bereits die ersten in-situ Untersuchungen während der Temperung haben dies erhärtet. Verbesserungen der Messtechnik lieferten entsprechend stichhaltigere Belege. Abb. 4.10 zeigt ein Beispiel für das Verhalten einer Probe mit einigen starken Nukleationszentren während der Temperung. Einzelne Nukleationszentren sind in dem ersten Teilbild durch Pfeile hervorgehoben. Auf die entsprechenden Probenpositionen weisen die identisch positionierten Pfeile im zweiten Teilbild hin. Damit wird deutlich, dass von den gekennzeichneten Defekten im Verlauf der Temperung Misfit-Versetzungsbündel ausgehen. Häufig bleibt der Kontrast solcher Defekte auch nach der Ausbildung der Versetzungsbündel erhalten, so dass im Nachhinein die verursachenden Defekte erkennbar bleiben. Das trifft allerdings nur für relativ 'starke' Nukleationszentren zu.

Äußerst ausgeprägte Unterschiede zeigten sich zwischen den verschiedenen Probenserien aus den in Abschnitt 3.2.2 angeführten Quellen. Befürchtungen, dass auch unsere Untersuchungsbedingungen zu Nukleationszentren führen könnten (z.B. durch Staubpartikel auf den

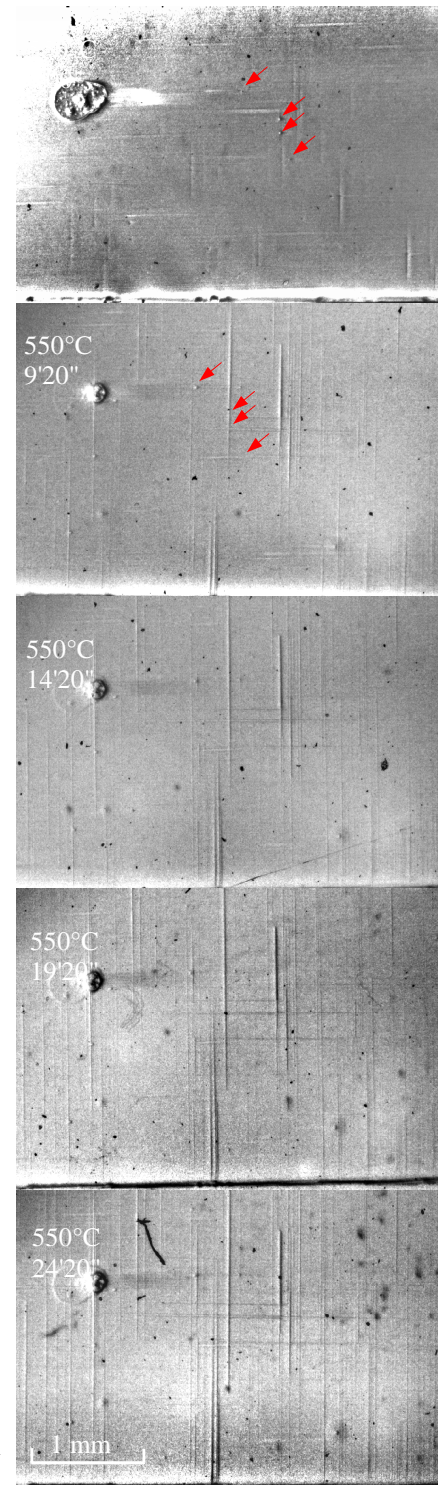


Abb. 4.10 heterogene Nukleation auf einer MBE-Probe (Gruppe B)

Proben) haben sich nicht erhärtet. Das zeigt sich an der Vergleichbarkeit von Proben aus einer Scheibe (d.h. aus dem Scheibenzentrum, s.u.) und den großen Unterschieden zwischen verschiedenen Probenserien.

Aufgrund der sehr unterschiedlichen Dichte der Misfitversetzungen für die unterschiedlichen Probenserien und der gezielten Nukleationsexperimente, die in Kap. 4.5 besprochen werden, kann man schließen, dass in den frühen Stadien der Relaxation, die hier untersucht wurden, homogene Nukleation von Misfitversetzungen keine wesentliche Rolle spielen kann.

Die Vorstellung von der beobachteten heterogenen Keimbildung sieht so aus, dass offenbar in jeder Probe ein Spektrum solcher Keime vorliegt. Je stärker das Spannungsfeld um einen solchen Keim ist, umso geringer ist die Schwelle für das Einsetzen der Bildung von Versetzungs-Halbschleifen, deren Endsegmente dann im Spannungsfeld der Schicht gleiten und Misfitversetzungen aufspannen. Das ist konform mit den theoretischen Überlegungen und Simulationsrechnungen von Schwarz [Sch99a] [Sch99b], der davon ausgeht, dass Defekte innerhalb der Schicht ausreichen, einen Frank-Read-Mechanismus in Gang zu setzen. Dabei werden immer wieder Versetzungsschleifen generiert, die dann, wie oben angedeutet, zum Weggleiten der Endsegmente und zur Ausbreitung von Misfitversetzungen führen. Diese Befunde lassen sich aber nur erklären, wenn man davon ausgeht, dass immer ein Spektrum unterschiedlich starker Defekte vorliegt (dieser Gedanke findet sich bereits in [Hou91]). In dem bisher umfassendsten theoretischen Ansatz von Schwarz [Sch99a] [Sch99b] wird das Vorhandensein von Frank-Read-Quellen vorausgesetzt. Die Simulationsrechnungen starten aber jeweils mit ausgebildeten Versetzungsschleifen, die entsprechend dem üblichen Frank-Read-Mechanismus 'multipliziert' werden. Weiterhin wird davon ausgegangen, dass dieser Mechanismus beliebig viele Versetzungen produzieren kann.

Die obige Erklärung von Schwarz ist jedoch nicht überzeugend. Es ist wahrscheinlicher, dass Defekte vorhanden sind, von denen Versetzungshalbschleifen ausgehen (siehe Schema in Abb. 4.11). Näherungsweise kann man das Auftreten dieser Halbschleifen als quasi homogene Nukleation erklären. Arbeiten zur homogenen Nukleation (z.B. [HuB89]) zeigen, dass die Nukleationsenergie um so kleiner ausfällt, je stärker das verursachende Spannungsfeld ist. Große Defekte erzeugen ein entsprechend großes lokales Spannungsfeld und können so die Aktivierungsenergie deutlich herabsetzen, wie dies für lokale Germaniumfluktuationen diskutiert wird [HBe89] [PHO92]. Daher ist die Wahrscheinlichkeit der Ausbildung von Halbschleifen im Spannungsfeld 'starker' Defekte größer als in jenem schwacher Defekte. Experimentell zeigt sich das daran, dass zuerst nur von wenigen 'starken' Defekten Misfitversetzungen starten.

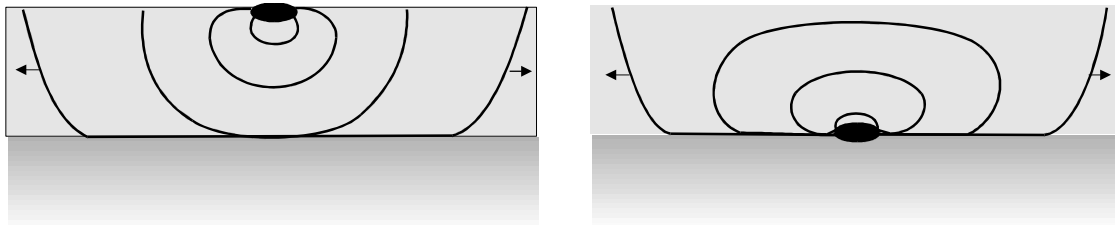


Abb. 4.11 Defekte als Nukleationszentren:

Die Defekte können an verschiedenen Positionen innerhalb der Schicht liegen, entscheidend ist, dass das starke Spannungsfeld in der Umgebung der Defekte die Nukleationsenergie für Versetzungsschleifen wesentlich herabsetzt.

Die experimentellen Beobachtungen legen nahe, dass sich die Wirksamkeit der Defekte als Nukleationszentren allmählich erschöpft. Das zeigt sich daran, dass die von Defekten ausgehenden Versetzungsbündel im Laufe der Temperung eine Sättigung (bezüglich der Zahl der Versetzungen im Bündel) erfahren (soweit sich das aus dem Kontrast der Bündel im Topogramm erschließen lässt). Dass im weiteren Verlauf der Temperung die 'schwächeren' Defekte ins Spiel kommen, lässt sich daran ablesen, dass zunehmend 'schwächere' (d.h. mit schwächerem Kontrast im Topogramm → geringere Zahl der beteiligten Versetzungen) Versetzungsbündel auftreten. Dies wird z.B. deutlich im Ansteigen der Dichte dünnerer Bündel in Abb. 4.2 e und f. Die zeitliche Verzögerung lässt sich nicht durch das simple

Modell einer Aktivierungsenergie erklären, die um so höher ist, je schwächer der Defekt ist. Wahrscheinlich muss berücksichtigt werden, dass sich mindestens die schwachen Defekte während der Temperung verändern, d.h. möglicherweise durch die Anlagerung von Punktdefekten ein stärkeres Spannungsfeld aufbauen. Damit können dann auch diese Defekte zur Ausbildung von Versetzungen führen. Die Experimente zur gezielten Nukleation können jedenfalls (siehe Kap. 4.5) in diesem Sinne interpretiert werden. Es kann davon ausgegangen werden, dass eine Verteilung von Defekten vorliegt, die z.B. über der 'Wirksamkeit' (gemessen in der Zahl der Versetzungen, die generiert werden können) aufgetragen folgenden Verlauf haben könnte (Abb. 4.12).

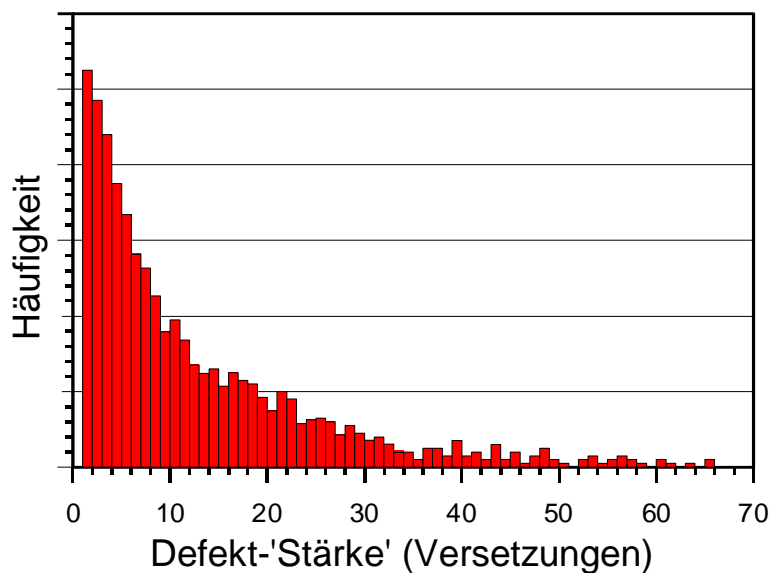


Abb. 4.12 Schematische Defekt-'Stärken'-Verteilung:

Die 'Stärke' könnte z.B. in der Zahl der Versetzungen gemessen werden, die ein Nukleationszentrum erzeugen kann, solange es aktiv ist. (Die Abbildung ist **nicht** quantitativ zu verstehen, sondern als mögliches Schema der Häufigkeitsverteilung)

In den frühen Stadien der Relaxation unterscheiden sich die Proben vor allem hinsichtlich der Zahl der 'starken' Defekte, die schon zeitig auffällige Versetzungsbündel generieren, also dem Ausläufer der Verteilung zu 'starken' Defekten hin. Offensichtlich sind solche starken Defekte überall dort vorhanden, wo mechanische Beeinflussung stattfand. Dazu gehört auch der Scheibenrand. Während die Politur auf der Fläche bei den heutigen Verfahren so durchgeführt wird, dass größere Defekte praktisch vollständig vermieden werden können, ist dies am Scheibenrand offenbar nicht der Fall. Alle ganzflächig beschichteten CVD-Proben weisen daher im Randbereich der Scheibe bereits unmittelbar nach dem Wachstum eine große Zahl von Versetzungen auf (Abb. 4.13).

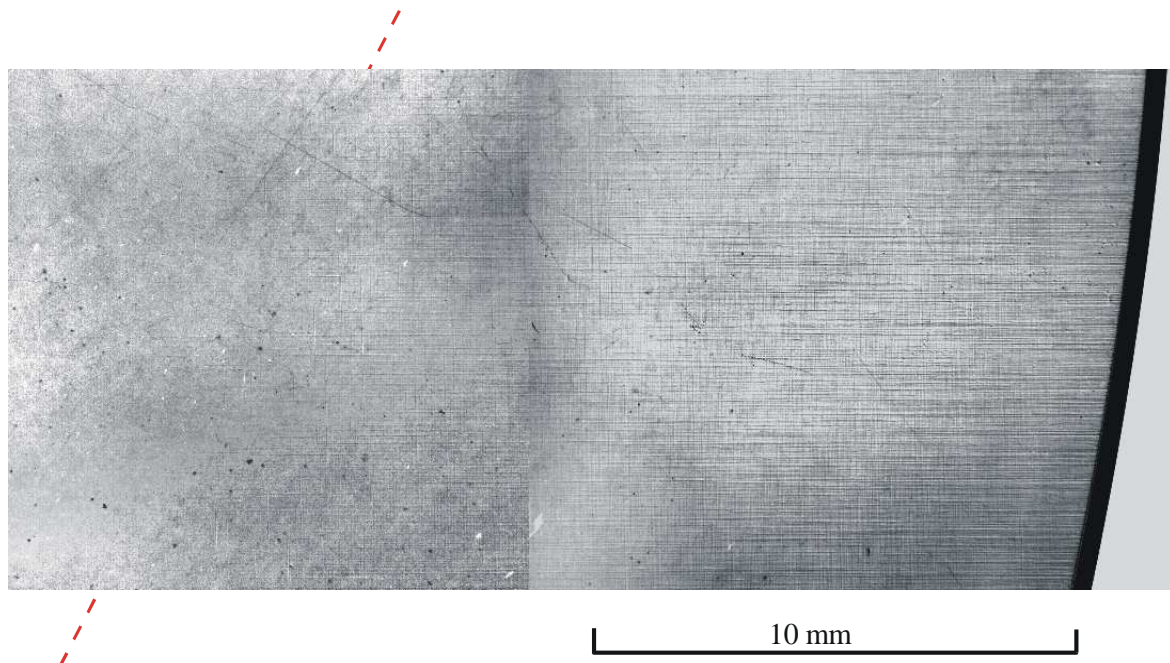


Abb. 4.13 Röntgentopogramm ((044)-Reflex) einer CVD-Probe (Probengruppe B); Randbereich der Scheibe. Vom Rand aus sind während des Wachstums der SiGe-Schicht Versetzungen ca. 15 mm weit in die Scheibe hineingeglitten. Die beiden roten Linien deuten die Grenze des verglittenen Bereichs an.

Da bei den uns zur Verfügung stehenden MBE-Proben der Randbereich der Scheiben durch die Halterung abgedeckt war, treten diese Vergleitungen hier nicht auf (Abb. 4.14). Misfitversetzungen stammen hier von Defekten der Schicht.

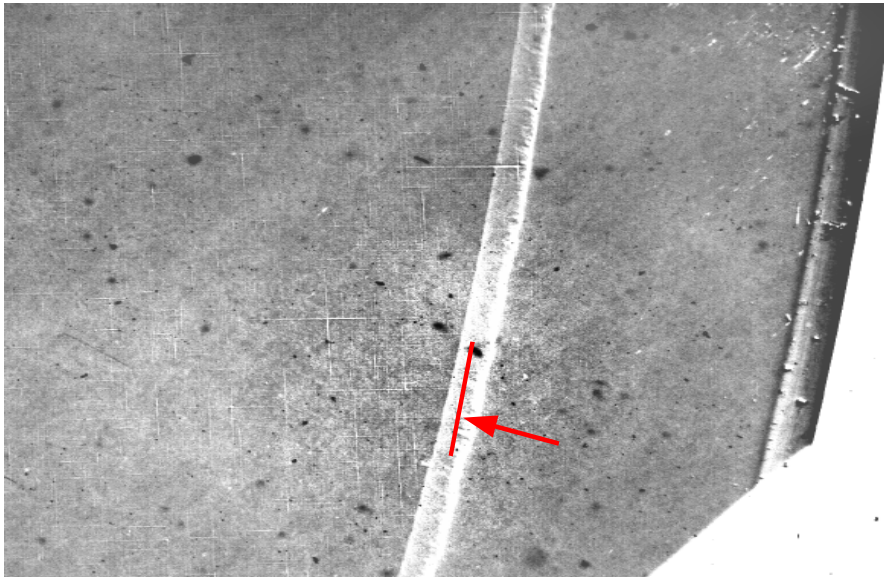


Abb. 4.14 Röntgentopogramm (044)-Reflex einer MBE-Probe (Probengruppe A)

Der Pfeil markiert das Ende des abgedeckten Randbereichs bzw. den Beginn der Epitaxieschicht.

So wichtig diese von der Präparation bzw. von der Scheibenherstellung herrührenden Nukleationszentren auch sind, ihre Auswirkung lässt sich, wie Abb. 4.14 demonstriert, durch entsprechende Einschränkung des epitaxierten Bereiches vermeiden. Die Nukleationszentren im Schichtbereich sind daher das eigentliche Problem. Es wurde beobachtet, dass Proben von der selben Epitaxieanlage, die offenbar geringfügigen Änderungen beim Wachstumsprozess unterlagen, deutlich weniger Nukleationszentren (vor allem kaum noch 'starke') aufwiesen.

In ähnlicher Weise ist der Rand der mittels Brechen präparierten Temperproben Ausgangspunkt von Misfitversetzungen. Allerdings scheinen hier die Nukleationszentren vor allem auf das Ritzen zurückzuführen zu sein, da bei besonders vorsichtig geritzten Proben (es wurde immer über die gesamte Scheibe geritzt) nur Teilbereiche des Randes zur Nukleation beitragen (Abb. 4.15).

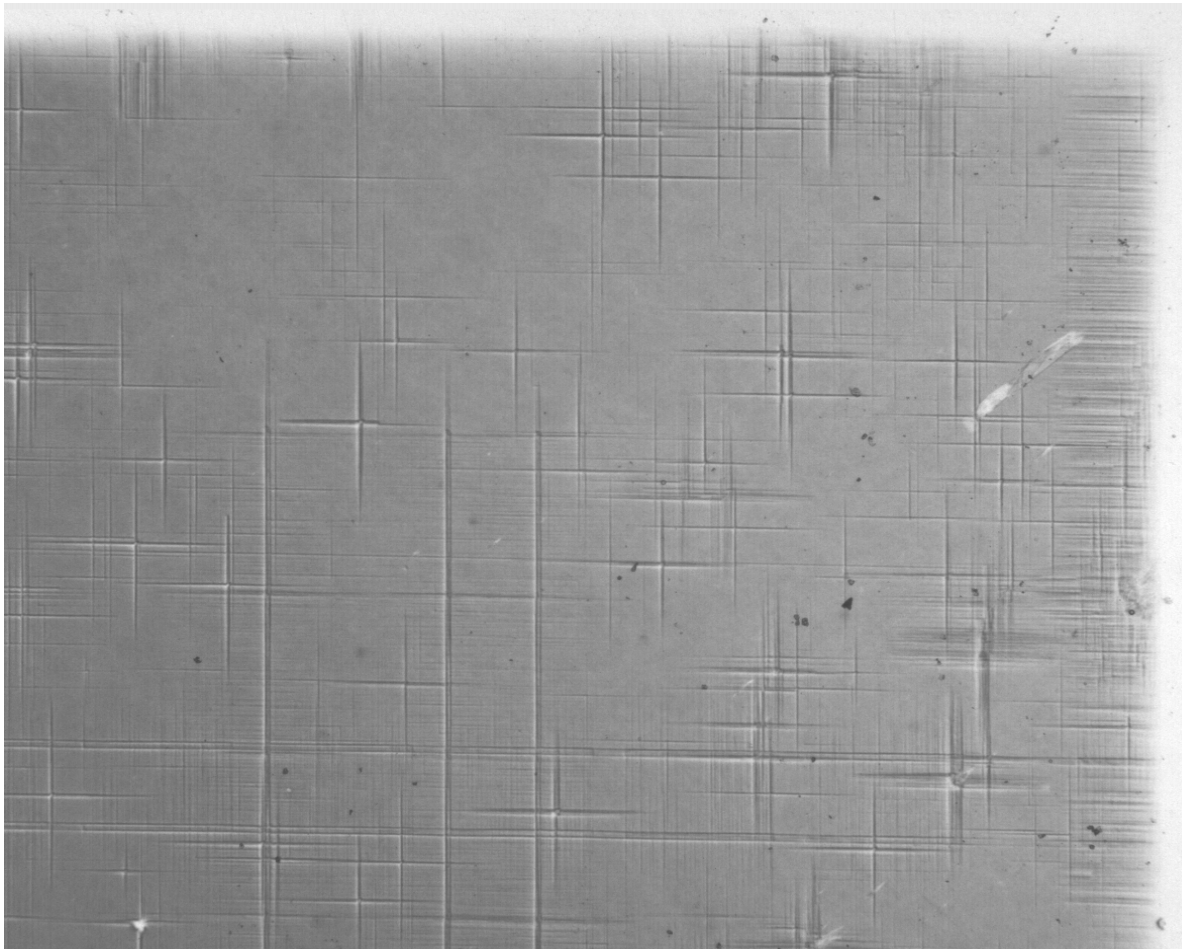


Abb. 4.15 Röntgentopogramm einer CVD-Probe im (044)-Reflex

Rechts und oben ist der Randbereich dieser getemperten Probe sichtbar. Während vom rechten Rand eine Vielzahl von Versetzungen ausgeht, rühren nur wenige vom oberen Rand her

Damit liegt offenbar ein Zusammenhang mit der Führung des Epitaxieprozesses vor. Leider ist es weder mittels AFM (siehe auch Abschnitt 3.1.11) noch mittels TEM gelungen, röntgentopographisch nachgewiesene Nukleationszentren zu erfassen. Da ihre Dichte insgesamt gering ist, liegt nur ein Zufallstreffer mittels AFM vor (Abb. 4.16). Von dem ca. $20 \times 80 \mu\text{m}^2$ großen Defekt gehen eine Vielzahl von Misfit-Versetzungsbündeln aus. Es könnte sich bei diesem Defekt um eine mechanische Beschädigung der Oberfläche handeln.

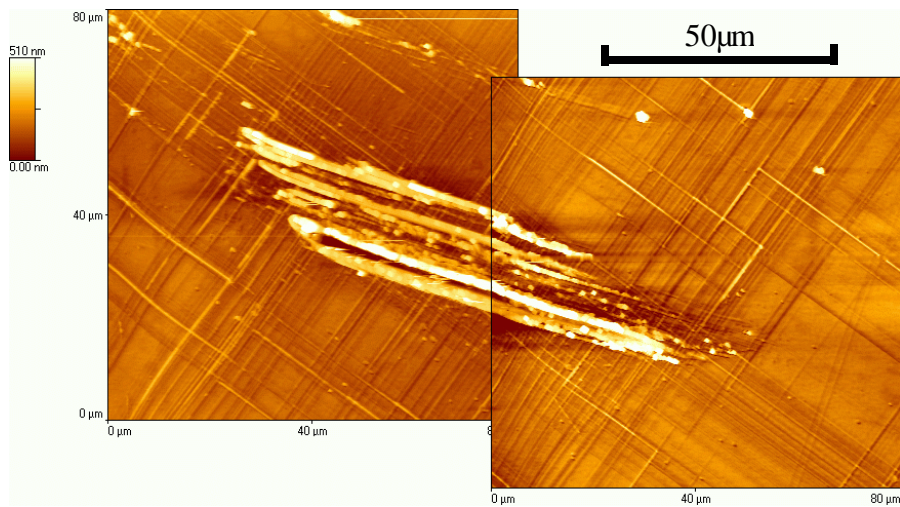


Abb. 4.16 AFM-Aufnahme einer MBE-Probe (Probengruppe A) Von diesem Defekt gehen in alle Richtungen Misfitversetzungen aus.

Für das oben schematisch (siehe Abb. 4.12) erläuterte Modell der verschiedenen starken Nukleationzentren spricht u.a. die 'Selbstähnlichkeit' der Versetzungsverteilung auf verschiedenen Größenskalen. Abb. 4.17 und Abb. 4.18 zeigen jeweils ein Röntgentopogramm und eine AFM-Aufnahme verschiedener Proben. Im Falle der AFM-Aufnahme handelt es sich um ein vergleichsweise lang getemperte MBE-Probe, d.h. die Dichte war bereits so hoch, dass die Versetzungsbündel im Röntgentopogramm dicht zu liegen scheinen, also viel höher (ca. 2 Größenordnungen) als in Abb. 4.17. Der subjektive Eindruck ist jedoch überaus ähnlich.

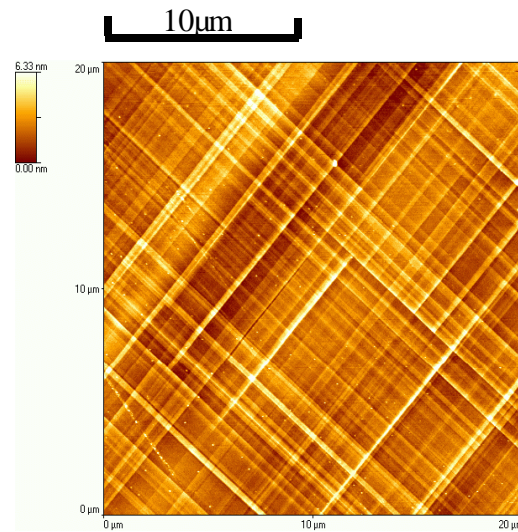
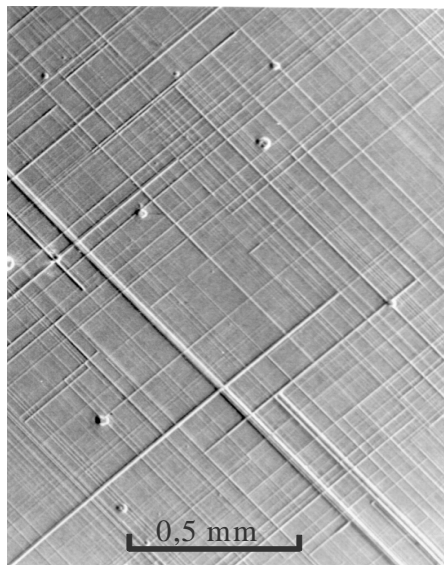


Abb. 4.17 Röntgentopogramm ((044)-Reflex) einer MBE-Probe (Versetzungsdichte um ca. 2 Größenordnungen höher als in Abb.4.17) (Probengruppe A)

Das Topogramm sowie die AFM-Aufnahme weisen eine gewisse 'Selbstähnlichkeit' der Versetzungsverteilung auf verschiedenen Größenskalen auf

Mittels eines Linienscans (Abb. 4.19) der AFM-Aufnahme kann man die relative Stärke der Versetzungsbündel gut vergleichen. Selbst auf der rund drei Größenordnungen kleineren lateralen Skala der AFM-Aufnahme liegen die Versetzungen in den Bündeln so dicht beisammen, dass sie im Bild nicht getrennt werden können (das Auflösungsvermögen des AFM beträgt hier rund 10 nm, d.h. auch bei kleinerem Scanbereich ändert sich das Bild nicht wesentlich). Während die 'stärksten' Bündel im Röntgentopogramm wahrscheinlich bis zu etwa 100 Versetzungen entsprechen, kann man aus der AFM-Aufnahme auf Bündel mit bis zu ca. 10 Versetzungen schließen. Stark relaxierte Proben (wie in Abb. 4.18) wurden auch mittels TEM untersucht. Abb. 4.26 (Kap. 4.4) zeigt ein Beispiel, in dem ähnlich wie in Abb. 4.18 einzelne Versetzungen und Versetzungsbündel zu erkennen sind. Während aufgrund der hohen Auflösung des TEM fast alle Versetzungen einzeln zu erkennen sind, zeigt der blaue Pfeil auf einen Punkt an dem offenbar ein äußerst dicht liegendes Bündel aus drei Versetzungen in drei einzelne aufspaltet.

Wie bereits weiter oben angedeutet, zeigen unsere Experimente mit Laserlinien, dass die kleinen Defekte aktiviert werden können und dann recht effektive Nukleationszentren sind.

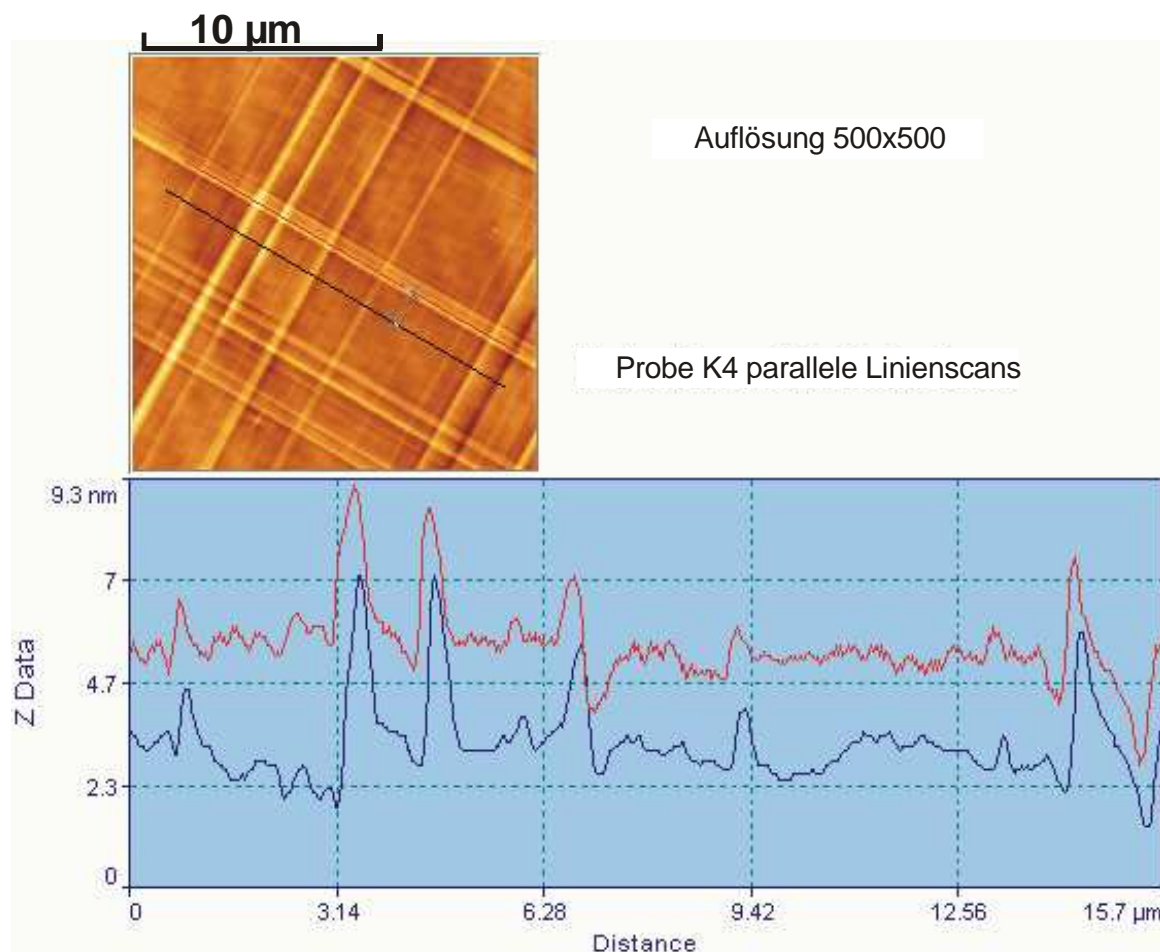


Abb. 4.19 Linienscans einer AFM-Aufnahme (Probe der Gruppe A) zur Schätzung der Anzahl der Versetzungen in einem Versetzungsbündel Die vertikale Skala ist nicht exakt kalibriert (ca. wahre Größe $\times 1,5$). Die 'stärksten' Bündel entsprechen ungefähr 10 Versetzungen.

Aus den vorliegenden Messungen ergeben sich keinerlei explizite Hinweise auf Versetzungsmultiplikation als Quelle für Misfitversetzungen.

4.4 Blockierung und Quergleiten

Bereits bei den ersten Untersuchungen wurde deutlich, dass auch Prozesse wie das Quergleiten und das Blockieren an querlaufenden Versetzungen bereits in der Frühphase der Relaxation eine Rolle spielen. Nach meinen Beobachtungen, die für das System InGaAs/GaAs auch von anderen Autoren bestätigt wurden [BKC95]²⁶, ist das Quergleiten ein wichtiger Konkurrenzprozess zur Blockierung. Wie weiter unten gezeigt wird, ist es auch gelungen, den zeitlichen Verlauf solcher Quergleitprozesse zu verfolgen.

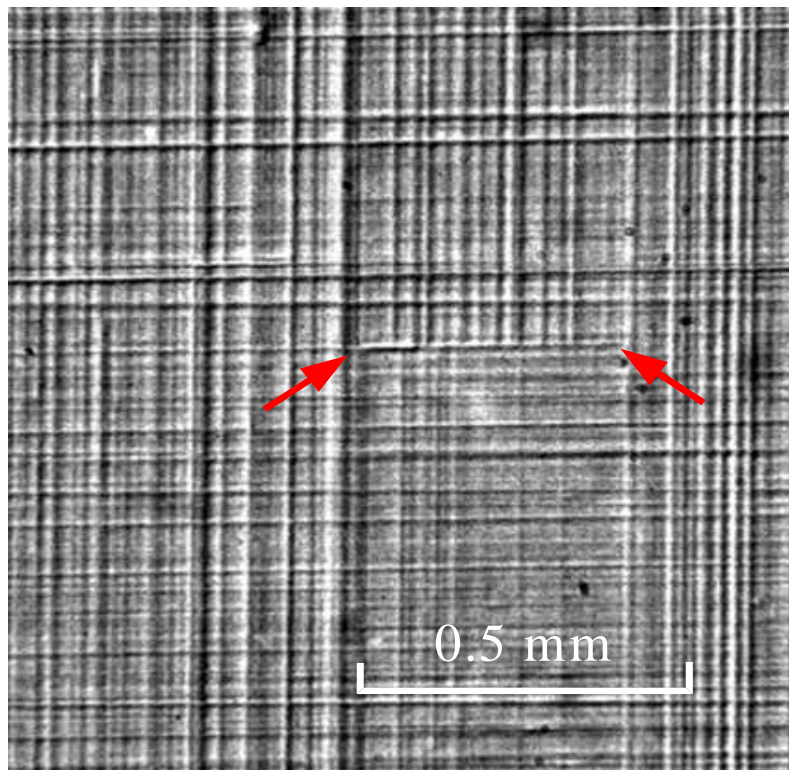


Abb. 4.20 Blockierung von Versetzungen Röntgentopogramm einer Probe der Gruppe B aufgenommen im (044)-Reflex

In Abb.4.20 ist ein Beispiel für das Blockieren von Versetzungen dargestellt. Der Probenausschnitt grenzt oben dicht an die Probenkante, so dass praktisch alle vertikal verlaufenden Versetzungen (im Bild) nach unten in die Schicht hinein gelaufen sind. Im Bereich

²⁶ Bei den oben genannten Untersuchungen am System InGaAs/GaAs [BKC95] wurde die Relaxation mit wachsender Schichtdicke in einem aufwändigen Experiment untersucht. Dabei wurde während des Schichtwachstums von In_xGa_{1-x}As/GaAs mittels Molekularstrahlepitaxie die Ausbildung von Misfitversetzungen in einem Synchrotronexperiment röntgentopographisch erfasst.

zwischen den beiden Pfeilen werden fast alle Versetzungen blockiert. Nur Teile von Versetzungsbündeln konnten offenbar passieren.

Man beachte dabei: In dem genannten Bereich ist der Kontrast der quer verlaufenden Versetzung verstärkt. Man kann dies darauf zurückführen, dass viele Versetzungen quergleiten und erst an weiteren Hindernissen endgültig blockiert werden. Dieses Verhalten konnte nur an Proben der Probengruppen A, B und D nachgewiesen werden, während auf den Proben der Gruppe C weder Quergleiten noch Blockierung beobachtet wurde. Auch die zuletzt erhaltenen Proben der Gruppe B wiesen dieses Verhalten auf. Dies kann mit Änderungen bei der Probenzüchtung zusammenhängen. Es wird vermutet, dass die Anzahl großer Defekte sehr stark abgenommen hat. Diese großen Defekte, die auch immer zuerst aktiviert werden, führen dann zu Versetzungsbündeln mit einem entsprechenden Spannungsfeld.

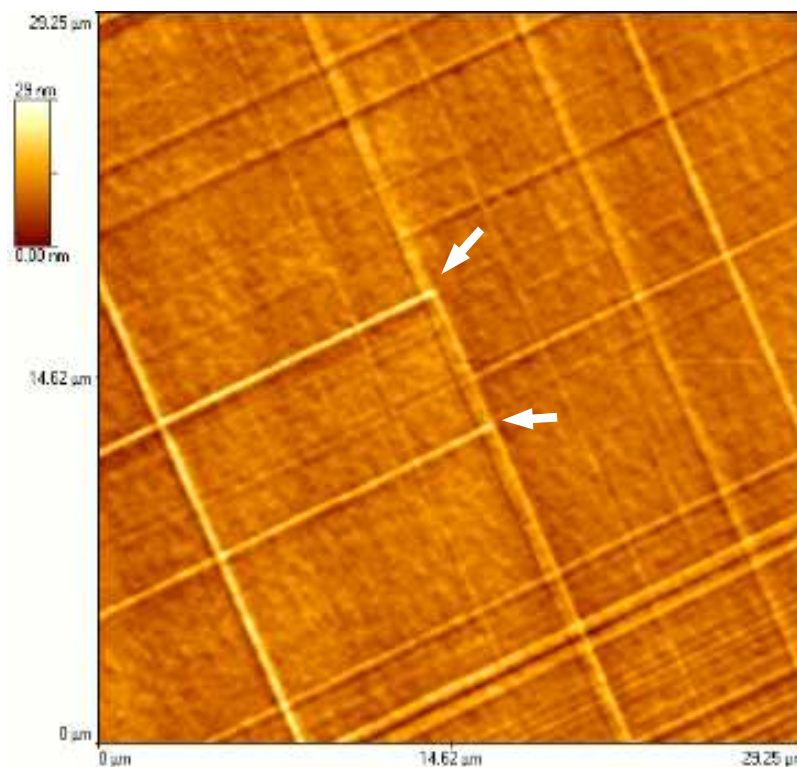


Abb. 4.21 Blockierung von Versetzungen. In diesem AFM-Bild sind die Blockierungs-Ereignisse mit Pfeilen gekennzeichnet. Die Kontraste legen nahe, dass hier evtl. auch Quergleiten stattfindet.

Analog wurde Blockierung auch mittels AFM nachgewiesen (Abb. 4.21; wiederum Markierung mit Pfeilen).

Man kann sich den Mechanismus des Blockierens folgendermaßen vorstellen [FRE89] [Fre90] :

Trifft eine propagierende Versetzung auf eine querlaufende Versetzung, so gerät sie in deren Spannungsfeld. Das Spannungsfeld dieser Versetzung verringert dabei, die auf die propagierende Versetzung als treibende Kraft wirkende Scherspannung. Diese kann nur noch in einem Bereich wirksam sein, wo das durchstoßende Segment das Spannungsfeld der querlaufenden Versetzung nicht mehr „spürt“. Dabei verringert sich, die für das führende Durchstoßsegment zu Verfügung stehende Schichtdicke. Liegt diese Dicke d_c unterhalb der kritischen Dicke h_c (s. Gl. 2.20 u. 2.21) wird die Versetzung aufgehalten. Man beobachtet jedoch, dass einige Versetzungen blockieren können andere jedoch nicht. Dies ist zunächst nicht einzusehen, da ja die querlaufende Versetzung immer das gleiche Spannungsfeld erzeugt.

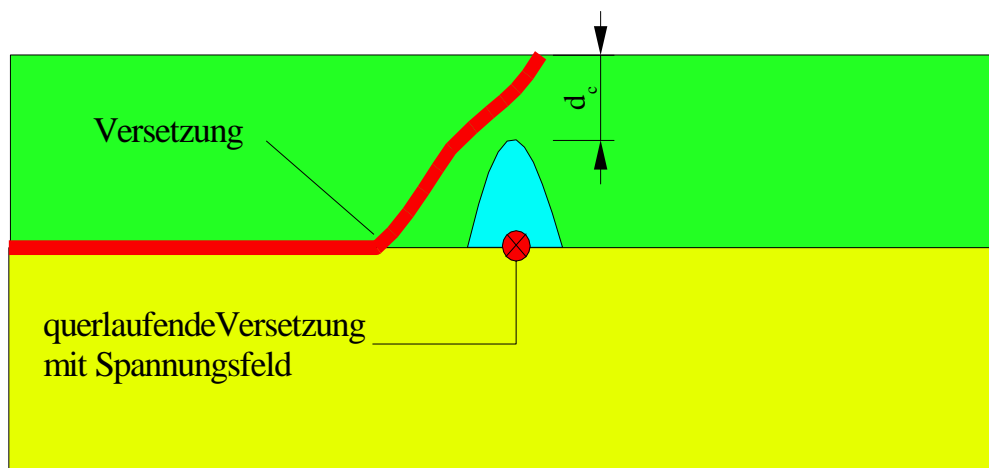


Abb. 4.22 Schematische Darstellung des Steckensbleibens einer propagierenden Versetzung im Spannungsfeld einer querlaufenden Versetzung. Wird die zur Verfügung stehende Schichtdicke für das Gleiten kleiner als d_c , so wird die Versetzung aufgehalten

Blockieren wurde auch von anderen Autoren beobachtet (z.B. [PHL90]). Freund [Fre90] diskutiert Blockieren als 'Steckenbleiben' des gleitenden Versetzungssegments im Spannungsfeld der kreuzenden Versetzung. Dabei werden Voraussetzungen gemacht, die of-

fenbar problematisch sind. Jedenfalls zeigen Simulationsrechnungen von Schwarz [Sch97] [Sch99a] [Sch99b], dass in unseren Proben Blockieren keine Rolle spielen darf. Das steht im Widerspruch zu unseren Ergebnissen und den Temperversuchen von Zaumseil und Fischer [Zau94] [FiZ97]. Unsere Ergebnisse deuten an, dass dieser Widerspruch dadurch bedingt ist, dass Schwarz nur die Wechselwirkung von jeweils einzelnen Versetzungen berücksichtigt. Tatsächlich zeigt sich, dass das Auftreten von Blockieren offenbar an das Vorhandensein 'starker' Versetzungsbündel gebunden ist. Dieser Widerspruch zwischen Beobachtungen und Rechnungen sollte sich lösen, wenn auch die Wechselwirkung von Versetzungen innerhalb der Bündel berücksichtigt wird.

Sobald Blockieren von Versetzungen beobachtet wird, sieht man auch Hinweise auf das Quergleiten von Versetzungen. Weiterhin ist es wichtig, das Quergleiten in den Rechnungen als Konkurrenz zum Blockieren zu berücksichtigen. Ein Ansatz dazu findet sich in einer neueren Arbeit von Stach [SST00].

Quergleiten zeigt sich in Topogrammen im Nachhinein durch winkelförmige Kontraste.

Die zeitliche Abfolge lässt sich nicht ohne weiteres erschließen, wie Abb. 4.23 zeigt.

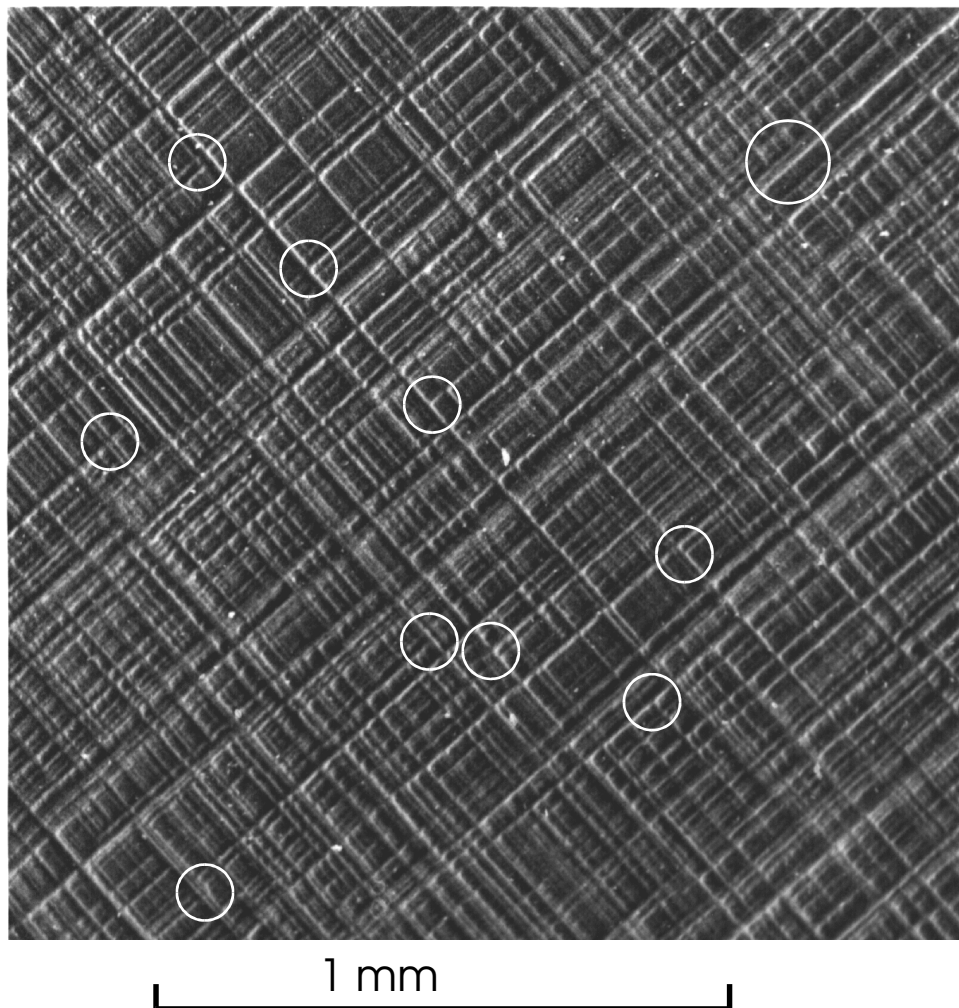


Abb. 4.23 Das Auftreten von Quergleiten zeigt sich durch winkelförmige Kontraste (Probengruppe A) Durch Kreise sind Probenausschnitte markiert an denen entweder Versetzungen gestoppt wurden oder Quergleiten auftritt

Das Quergleiten erfolgt dabei in etwa folgendermaßen:

Eine Versetzung mit dem Burgersvektor \mathbf{b} breitet sich in einer (111)-Gleitebene aus. Dabei ist es möglich, dass die Versetzung auf eine andere der möglichen $\{111\}$ -Gleitebenen wechselt. Dabei kommt je nach Burgersvektor nur eine mögliche Quergleitebene in Betracht. Dabei ändert sich ihre Linienrichtung entsprechend wie in Abb. 4.24 angedeutet, ihr Burgersvektor bleibt natürlich erhalten. Ursache für das Ändern der Gleitebene kann das

Spannungsfeld einer querlaufenden Versetzung sein. Die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten solcher Prozesse erhöht sich, wenn die Relaxation lokal sehr ungleichmäßig erfolgt, wie dies bei Ausbildung starker Bündel der Fall ist.

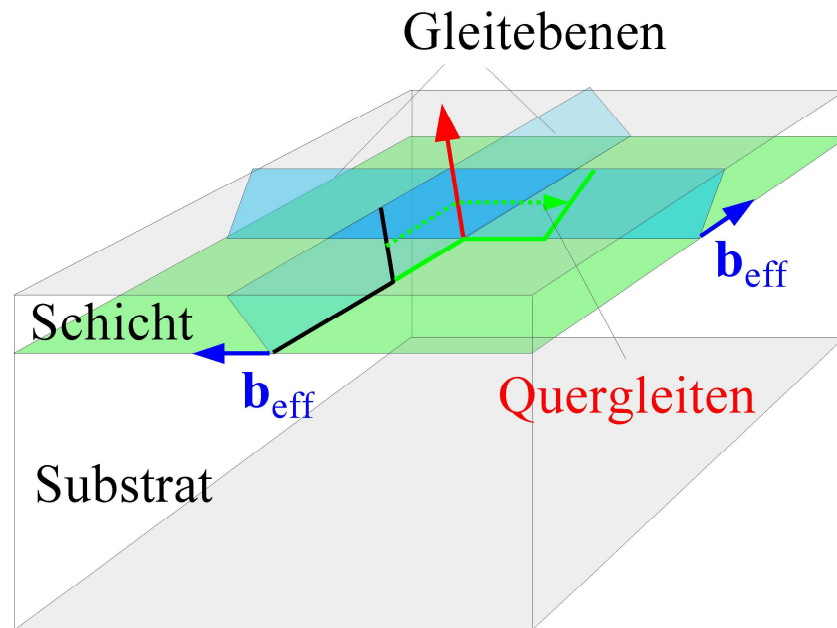


Abb. 4.24 Schematische Darstellung des Quergleitens einer Versetzung

Mittels Echtzeittopographie ist es gelungen, auch den Prozess des Quergleitens zu verfolgen (Abb. 4.25), wobei nicht nur eine Versetzung, sondern ein ganzes Bündel seine Linieneinrichtung ändern muss, um mit Topographie beobachtbar zu sein. Solche Ereignisse treten extrem selten auf.

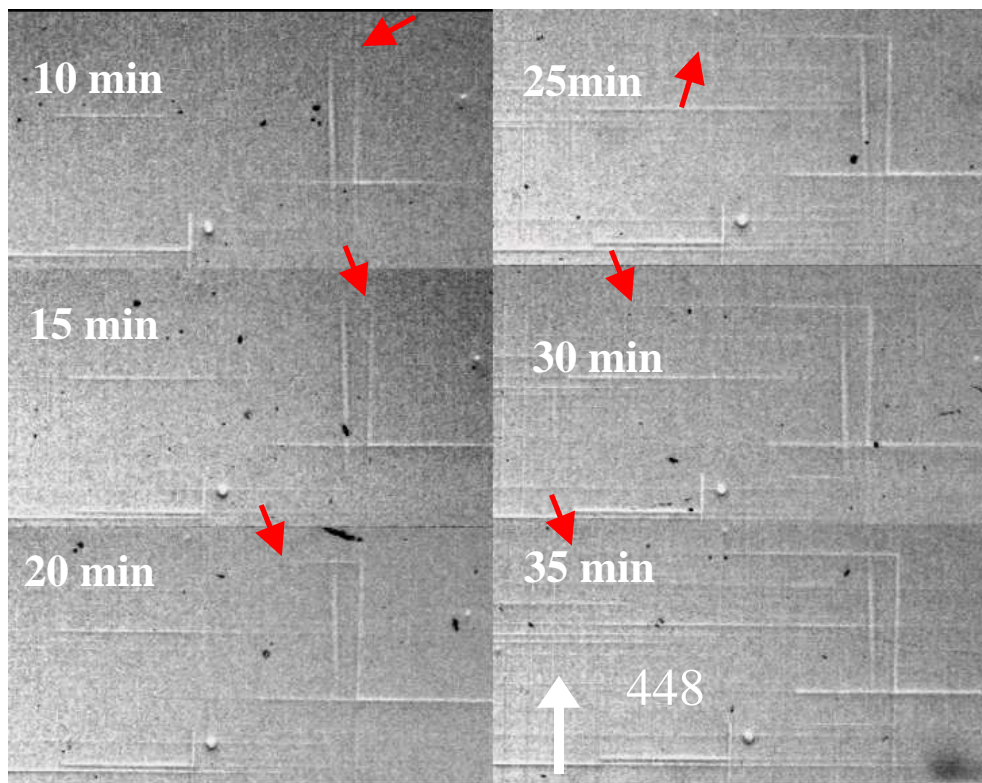


Abb. 4.25 *Quergleiten von Misfitversetzungen*

Die Probe hatte bei einer Schichtdicke von 95,1 nm einen Germaniumgehalt von 23% (+0,09% C; MBE). Während des Gleitens trifft eine Misfitversetzung auf ein Hindernis und wechselt in eine andere $\{111\}$ -Gleitebene, so dass die Spur senkrecht zur vorhergehenden Linienrichtung der Misfitversetzung ist.

(in-situ Experiment bei 560 °C an ID19, ESRF, Grenoble)

Schließlich haben auch Untersuchungen mittels TEM Beispiele zum Quergleiten aufgezeigt ([KPR98] und Abb.4.26). Es ist recht schwierig, solche Quergleit-Ereignisse mittels TEM aufzuspüren, da in der Regel Versetzungsbündel auftreten und dadurch die Wechselwirkung an Versetzungskreuzungspunkten recht komplex ausfällt (ein noch vergleichsweise übersichtliches Beispiel zeigt Abb.4.26). Prinzipiell besteht nur in den ersten

Stadien der Relaxation Aussicht, solche Blockierungs- bzw. Quergleit-Ereignisse isoliert zu beobachten.

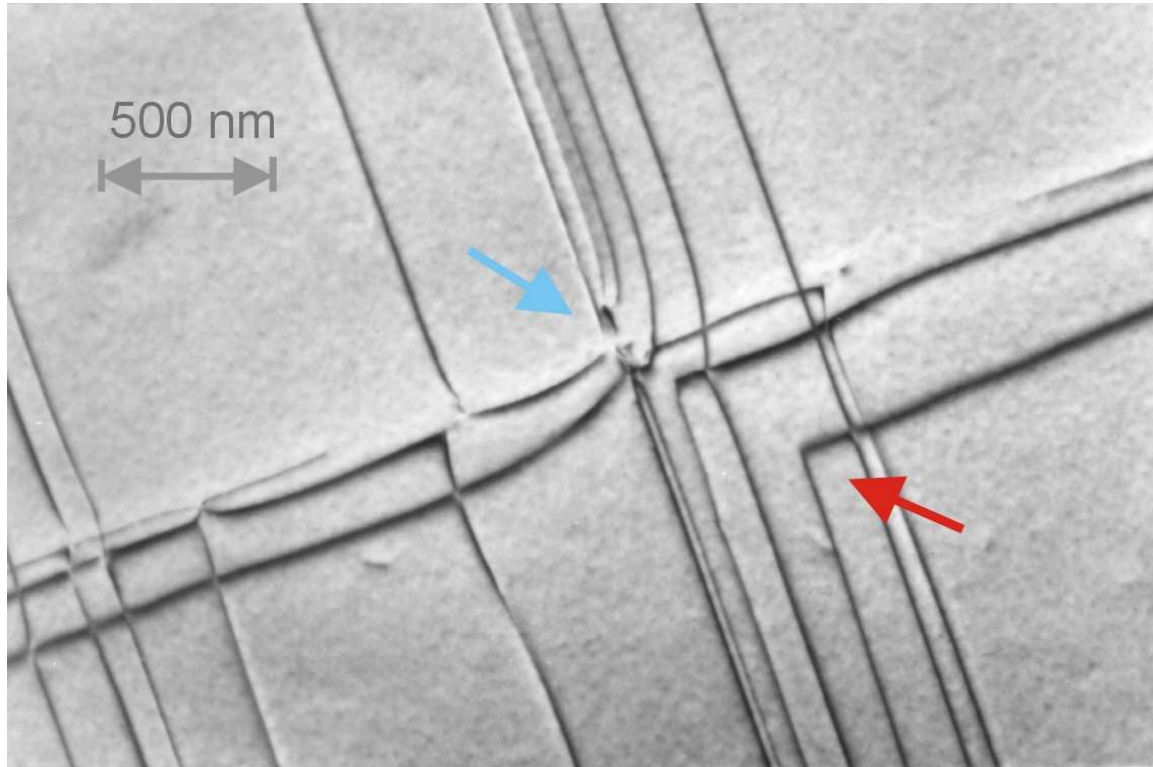


Abb. 4.26: TEM-Aufnahme sich kreuzender Versetzungsbündel

Der rote Pfeil markiert eine Versetzung, die hier die Gleitebene wechselt (Quergleiten), der blaue die Aufspaltung eines Versetzungsbündels in drei Einzelversetzungen.

(In Zusammenarbeit mit der AG Kristallographie (Prof. Neumann) und U.Richter, Inst. für Elektronenmikroskopie und Analytik aufgenommen am Hochspannungs-TEM des MPI für Mikrostrukturphysik, Halle bei 1 MeV)

Leider hat es sich bisher als unmöglich erwiesen, die Versetzungsbündel aus den Kontrasten im Röntgentopogramm heraus zu quantifizieren (bzgl. der Zahl der enthaltenen Versetzungen). Bilder wie Abb. 4.23 zeigen jedoch, dass das Quergleiten etwa gleich häufig wie reines Blockieren auftritt. Statistische Untersuchungen wie in [FiZ97] zeigen, dass Blockieren eine wichtige Rolle bei der Versetzungskinetik spielen muss. Daher ist der wichtige Konkurrenzprozess Quergleiten unbedingt zu berücksichtigen.

An Versetzungs-Kreuzungspunkten soll nach dem Hagen-Strunk- [HaS78] bzw. dem modifizierten Frank-Read-Mechanismus (z.B. [LMM92]) Multiplikation auftreten. Dafür ge-

ben unsere Untersuchungen aber keinen Hinweis (auch andere Autoren konnten diesen Mechanismus trotz in situ TEM nicht nachweisen [HuB88]). Alle beobachteten Wechselwirkungen lassen sich mit Blockieren bzw. Quergleiten erklären.

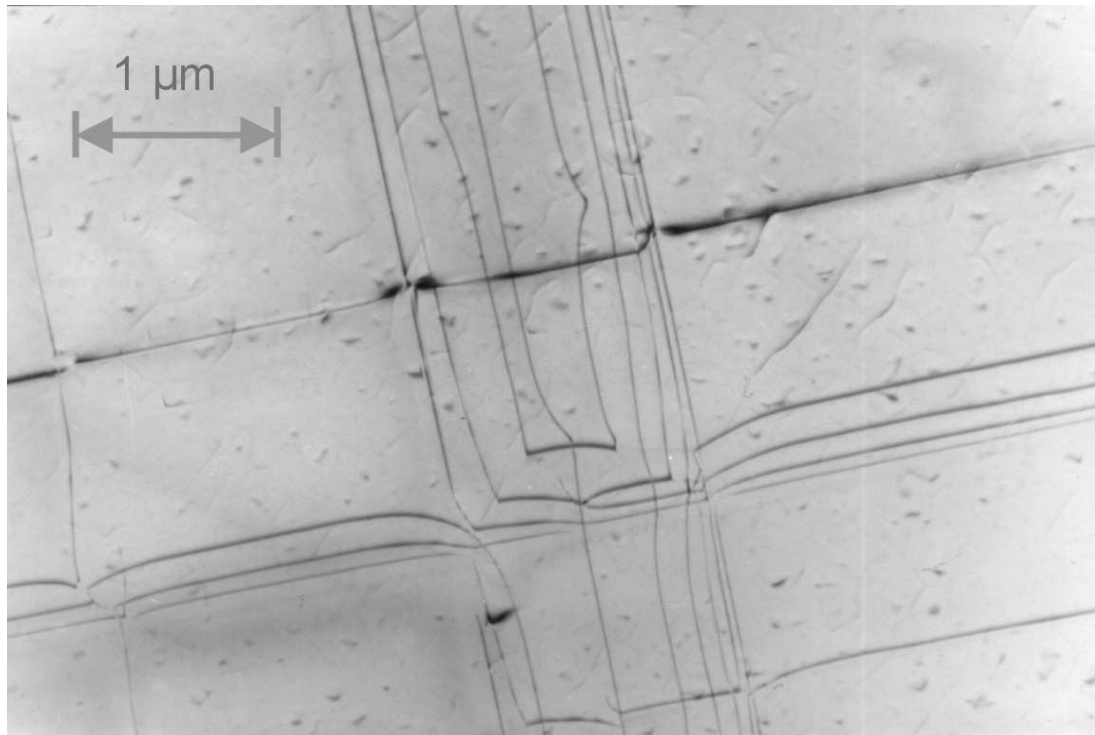


Abb. 4.27 Kreuzung von Versetzungsbündeln

Diese TEM-Aufnahme zeigt einen relativ typischen Fall eines Kreuzungspunktes von Misfit-Versetzungsbündeln - häufig sehen diese noch komplizierter aus. Hier kann nicht mehr direkt auf den Prozess der Ausbildung rückgeschlossen werden.

(In Zusammenarbeit mit der AG Kristallographie (Prof. Neumann) und U.Richter , Inst. für Elektronenmikroskopie und Analytik aufgenommen am Hochspannungs-TEM des MPI für Mikrostrukturphysik, Halle bei 1MeV)

4.5 Gezielte Nukleation

Wie bereits in dem Abschnitt zur Probenpräparation erwähnt, wurde ein Teil der Proben mit Laserspuren versehen. Dabei ist es gelungen, Nukleationszentren sehr lokalisiert zu erzeugen bzw. zu aktivieren. Das Ziel war ursprünglich eine vereinfachte Messung der Versetzungsgleitgeschwindigkeiten. Von den Laserspuren gehen dabei Fronten von Misfitversetzungen aus. Damit ist es sehr einfach, die Gleitgeschwindigkeit der Versetzungsfront zu bestimmen. Das langwierige Auffinden von geeigneten Topogrammausschnitten wurde so ebenfalls erleichtert. Ein weitere Fragestellung war, ob es möglich ist, schwache Nukleationszentren zu aktivieren und somit eine homogene Nukleation entlang der Laserlinie zu ermöglichen.

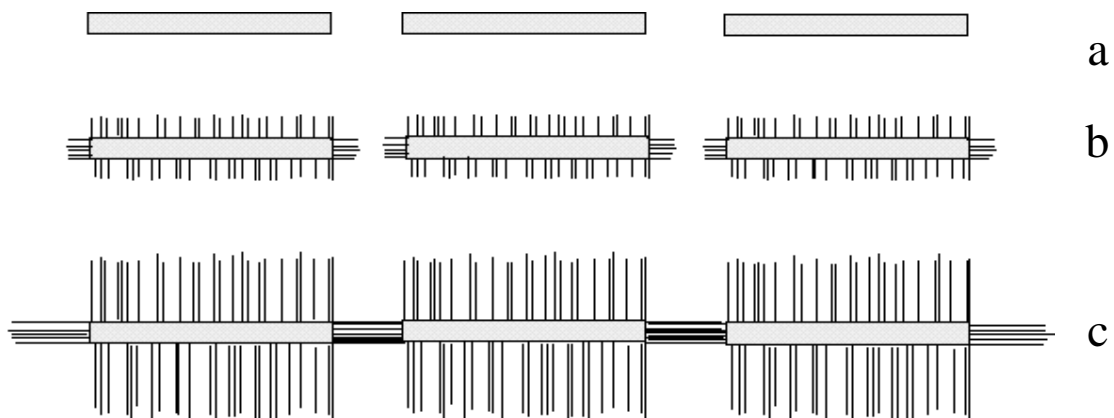
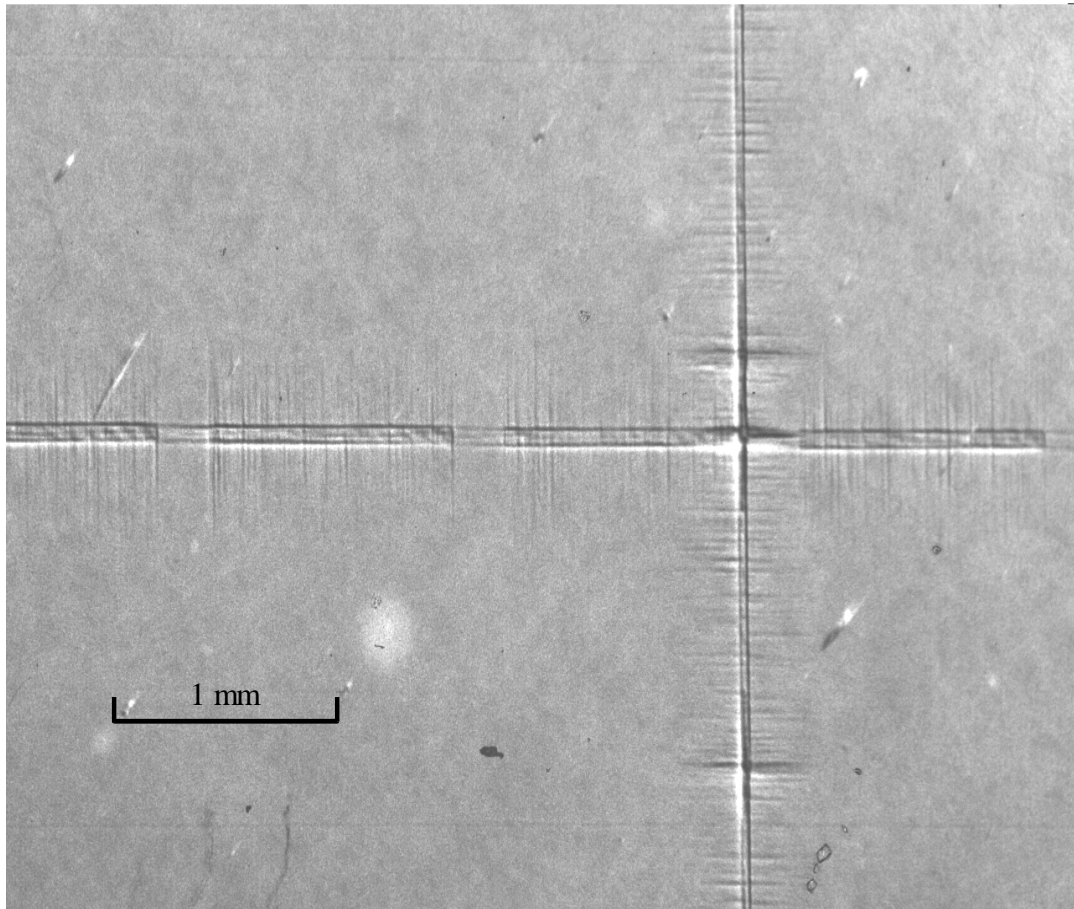


Abb. 4.28 Schema der Laserspuren

Von oben nach unten sind verschiedene Stadien der Ausbildung von Misfitversetzungen an Laserspuren dargestellt. *a*: vor der Temperung, *b*: vergleichsweise kurze Temperung (siehe Abb. 4.29), *c*: längere Temperung

Mithilfe der Laserspuren ist es offensichtlich gelungen, lokal hinreichend viele Nukleationszentren zu erzeugen oder zu aktivieren, so dass bei Temperung der Proben von dieser Laserspura eine Front von Misfitversetzungen ausgeht. Abb. 4.29 zeigt ein Beispiel für das Einsetzen dieses Prozesses. Abb. 4.28 erläutert schematisch den Ablauf des Nukleationsprozesses ausgehend jeweils von ca. 1 mm langen Laserspuren, die mit einem Excimer-Laser ($\lambda = 243 \text{ nm}$) mit $2,1 \text{ J cm}^{-2}$ bei Pulszeiten von 25 ns erzeugt wurden.



*Abb. 4.29 Röntgentopogramm einer Probe der Probengruppe C mit Laserspuren
Temperung 20 min bei 600 °C*

Sind in der Probe starke Nukleationszentren aktiv, führen diese zum Blockieren (rechts von der Laserspurs in Abb. 4.30) der von der Laserspurs ausgehenden Misfitversetzungen. Im Bereich ohne solche starken Nukleationszentren breitet sich dagegen eine recht homogene Misfitversetzungs-Front (links in Abb. 4.30) aus, die an diesen Laserspurs beginnt. Im Falle der Abb. 4.30 handelt es sich um MBE-Proben (Probengruppe B), die gewöhnlich in mindestens mittlerer Dichte solche starken Nukleationszentren enthalten.

Besonders interessant sind Bereiche (wie Abb. 4.31), in denen sich die vergleichsweise schwachen Versetzungsbündel kreuzen, die von Laserspurs ausgehen. Hier ist röntgenographisch weder Blockierung noch Quergleiten zu beobachten. Man kann die durch die vergleichsweise geringe Stärke der durch die Laserspurs aktivierten Nukleationszentren

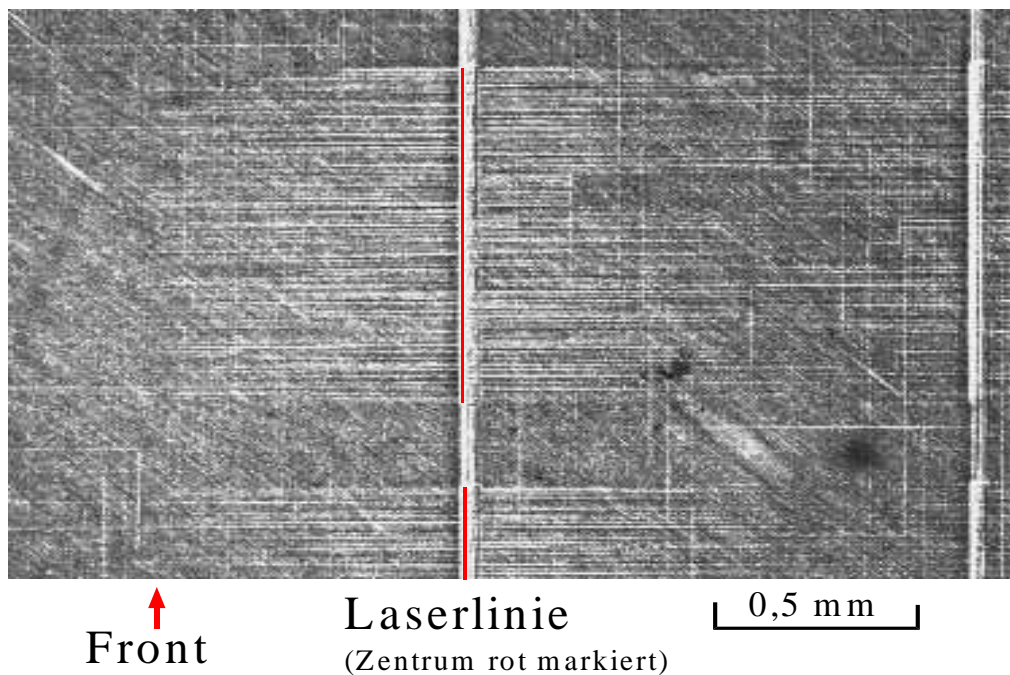


Abb. 4.30 : *Relaxation an einer Laserspur*

(Röntgentopogramm im (044)-Reflex) Es ist eine Versetzungsfront zu erkennen. An einer Stelle (rechts von der Laserspur wird diese durch eine kreuzende Misfitversetzung blockiert).

erklären. Damit ist belegt, dass die oben beschriebenen Phänomene Blockieren und Quergleiten von Versetzungen an das Vorhandensein starker Versetzungsbündel gebunden sind. Die diesbezüglichen Befunde stehen daher auch nicht im Widerspruch zu den neueren theoretischen Analysen durch Schwarz [Sch99a] [Sch99b]. Da insbesondere mit dem Blockieren, aber möglicherweise auch mit dem Quergleiten das Auftreten von festgehaltenen Durchstoßversetzungssegmenten verbunden ist, zeigt sich, dass die Relaxation vor allem durch die Existenz starker Nukleationszentren getragen wird.

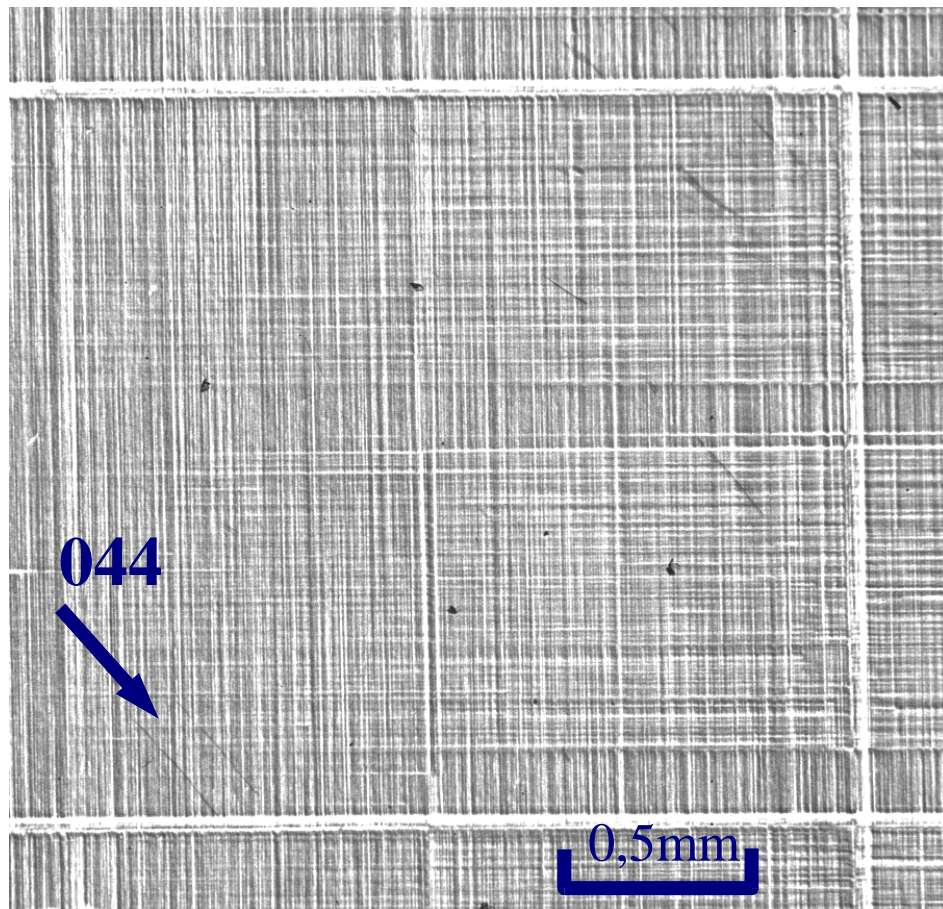


Abb. 4.31 Kreuzende Versetzungsfronten von Laserspuren (Röntgentopogramm)
Trotz der hohen Dichte von Versetzungen sind nur einzelne Blockierungs- bzw. Quergleit-Ereignisse auffindbar (044)-Reflex bei 8 keV

4.6 Immobilisierung von Versetzungen

Durch Implantation von Argonionen ($^{40}\text{Ar}^+$), die mit einer Dosis von $5 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ und einer Energie von 70 keV unter einem Auftreffwinkel von 10° streifenförmig implantiert wurden, gelang es bei nachfolgender Temperung die Ausbreitung von Misfitversetzungen zu unterbinden (Abb. 4.32). An einzelnen Stellen laufen Misfitversetzungen in den implantierten Streifen. Durch Vergleich mit den Topogrammen, die vor der Implantation gemacht wurden, zeigt sich, dass es sich dabei um Versetzungen handelt, die schon vor der Temperung, also auch vor der Implantation, vorhanden waren.

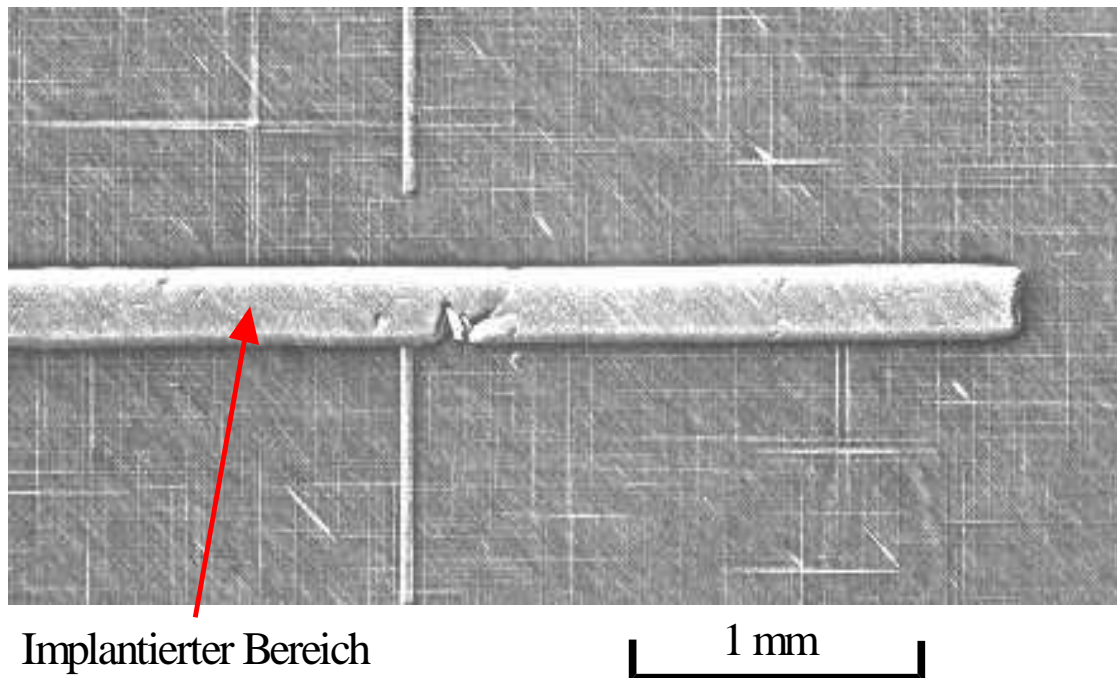


Abb. 4.32 Röntgentopogramm des implantierten Streifens auf der Probe D965-12 (Probengruppe B)

Nach einer Temperung sind überall Misfitversetzungen zu erkennen, die von einer Vielzahl von Nukleationszentren ausgehen - nicht jedoch im implantierten Bereich. Einzelne Versetzungen, die vor der Implantation vorhanden waren, bleiben sichtbar.

Die blockierende Wirkung der Implantation auf Misfitversetzungen wird auch durch die AFM-Aufnahmen bestätigt (siehe Beispiel in Abb. 4.33).

Die blockierende Wirkung wurde allerdings bisher nur mittels Temperung bis 600 °C untersucht.

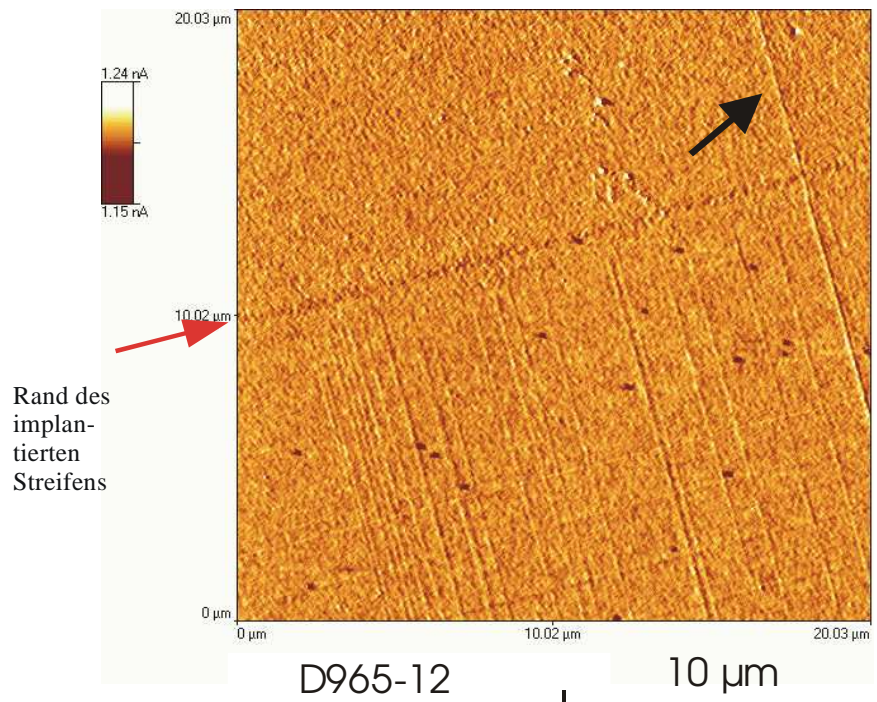


Abb. 4.33 AFM-Aufnahme vom Rand eines Implantationsstreifens
 Probe der Probengruppe B Eine einzelne Versetzung
 (schwarzer Pfeil) ist in den implantierten Bereich hinein-
 gelaufen

In der AFM-Aufnahme (Abb. 4.33) läuft nur eine einzelne Versetzung, die mit großer Wahrscheinlichkeit bereits vor der Temperung vorhanden war (vgl. Röntgenbefunde) in den implantierten Streifen (oberhalb der durch den roten Pfeil markierten Linie) hinein (Abb. 4.33), alle anderen Misfitversetzungen stoppen an dessen Rand.

4.7 Bestimmung des Relaxationsgrades

Der Relaxationsgrad (siehe 2.17) wurde mittels Röntgentopographie, hochauflösender Röntgendiffraktometrie sowie AFM bestimmt. Diese Methoden ergänzen sich bezüglich des Auflösungsvermögens bzw. des auswertbaren Gesichtsfeldes. Bei der Röntgentopographie bzw. AFM wurde der Relaxationsgrad durch Auszählen von Versetzungsdichten ermittelt, wobei bei der Topographie aus dem Kontrast die Anzahl der Versetzungen pro Bündel nur geschätzt wurde. Für die Röntgentopographie wurde aus dem Bildkontrast zunächst eine Anzahl von etwa 10 Versetzungen pro Bündel abgeschätzt.

Mit Diffraktometrie wurde die Dicke der Schicht als auch der Germaniumgehalt genau bestimmt. Die hochauflösende Diffraktometrie kann Versetzungsdichten oberhalb 10^4 cm^{-1} über die Änderung des Gitterparameters gerade erst nachweisen, wogegen bei der Topographie hier das Auszählen nur bis Versetzungsdichten von etwa 10^3 cm^{-1} praktikabel ist. Die Ermittlung von geringen mittleren Versetzungsdichten ($\rho \approx 10^4$ Versetzungen cm^{-1}) mittels konventionellem Mapping erweist sich als schwierig, da keine mittlere Gitterparameteränderung mehr nachweisbar ist.

Diese Versetzungsdichten können aber durch die Auswertung der diffusen Streuung mittels Diffraktometrie bestimmt werden. Nach einer Methode von Kaganer et al. [KAG97] ist es möglich, die diffuse Streuung an Misfitversetzungen zu simulieren und an die diffraktometrischen Kurven anzupassen. Die diffuse Streuung hängt nur vom Produkt ρd ab (d Schichtdicke).

Zunächst wurde durch Auszählen von Versetzungsdichten an verschiedenen Stellen der Probe im AFM-Bild für die Probe D966 ein $\rho d = 0,04$ ($d=89\text{nm}$, $x = 28,1\%$) ermittelt, wobei versucht wurde den Kontrast bzw. die Anzahl der Versetzungen pro Bündel zu berücksichtigen (s. Abb. 4.19 Kap.4.3). Beim Auszählen der Versetzungen auf dem Röntgentopogramm erhält man um eine Größenordnung geringere Werte, die auf das geringe Auflösungsvermögen und das Auftreten von Versetzungsbündeln zurückzuführen sind, so dass die erste Abschätzung aus dem Röntgenkontrast nicht zutrifft. Es können demnach bis zu 100 Versetzungen pro Bündel im Röntgentopogramm angenommen werden.

Für die Messung der diffusen Streuung wurde ein Scan um den 004-Reflex gemessen. Die Misfitversetzungen führen nur zu diffuser Streuung. Eine Verbreiterung der Rockingkurve

aufgrund der Gitterparameteränderung tritt dabei nicht auf. Die diffuse Streuung wurde durch Simulation an den experimentellen Scan angepasst.

Eine Anpassung der Simulation mit dem Wert 0,03 für den symmetrischen (004)-Reflex passt gut zum Experiment (s. Abb. 4.34).

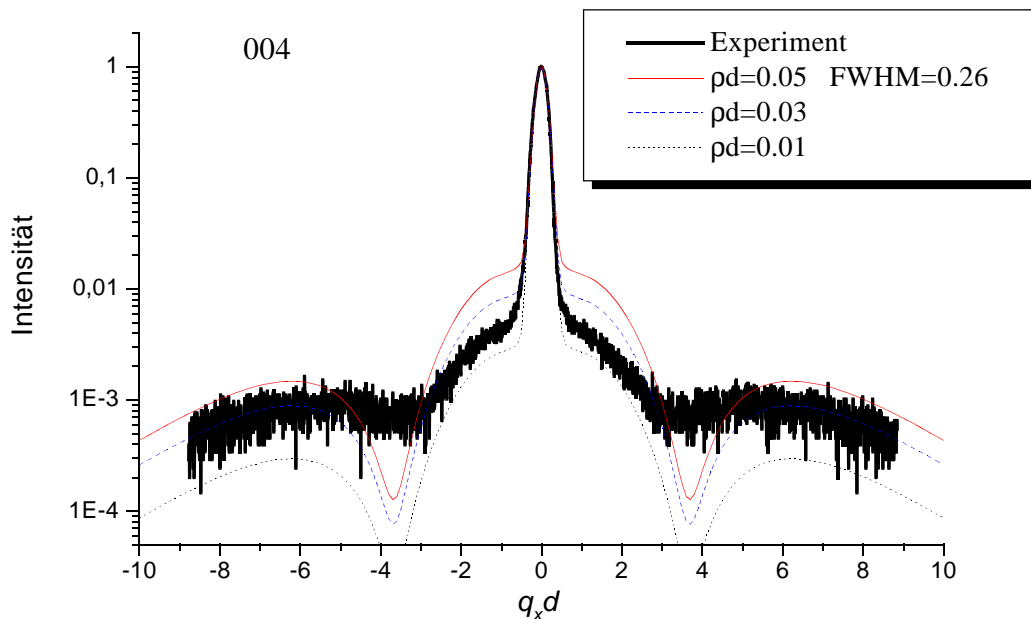


Abb. 4.34 Röntgendiffraktometrische Bestimmung des Relaxationsgrades an Probe D966 (Probengruppe B) $d=89\text{nm}$ $x=28,1\%$ Diese Messung erfolgte mit Analysator-kristall. Die diffuse Streuung ist so schwach, dass sie selbst bei Verwendung eines Drehanodengenerators etwa die Grenze des Nachweises darstellt. Die durchgezogenen Linien stellen die Simulationen für verschiedene ρd dar. Die Simulation mit $\rho d = 0.03$ stellt die beste Anpassung dar.

Eine Unterschätzung des Relaxationsgrades ist zu erwarten, da das verwendete Modell die Wechselwirkung von Versetzungen in Bündeln nicht enthält.

5 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurden frühe Phasen der plastischen Relaxation von verspannten metastabilen Silizium-Germanium-Mischkristallschichten auf (001)-orientierten Siliziumsubstraten untersucht. Insbesondere wurde die Nukleation und die Ausbreitung von Misfitversetzungen in schwach relaxierten Schichten betrachtet, da der Schlüssel für das Verständnis des sehr unterschiedlichen Verhaltens stark relaxierter Schichten in der Frühphase der Ausbildung von Versetzungen gesucht werden muss.

Die Untersuchung geringer Versetzungsdichten ist mittels Röntgentopographie und -diffraktometrie sinnvoll möglich. Die Ausbreitung von Misfitversetzungen wurde mittels in-situ-Topographie als auch mit Kurzzeitemperaturen und anschließender röntgentopographischer Untersuchung verfolgt. Aufgrund ihrer hohen Nachweisempfindlichkeit für kleine Deformationen bzw. Braggwinkeländerungen von 10^{-6} rad wurde eine optimierte Zweikristallanordnung eingesetzt. Die in-situ-Topographie konnte aufgrund der für kurze Belichtungszeiten benötigten Intensität der Röntgenstrahlung nur an einer Synchrotronstrahlungsquelle durchgeführt werden, da nur diese hochbrillante Strahlungsquelle ausreichende Intensitäten bereitstellt. Die notwendigen Voraussetzungen für röntgentopographische Untersuchungen am Synchrotron (große Strahlabmessungen und gute Kollimation) sind an der Topographiebeamline ID 19 des ESRF in idealer Weise gegeben.

Die methodischen Arbeiten beinhalteten die Konstruktion eines Ofens für die *in-situ*-Experimente, die Mitarbeit an der Konstruktion und das Einfahren eines Ofens für kurzzeitige Temperungen. Für die Experimente am ESRF wurde eine Zweikristalltopographiekamera an der Beamline ID19 installiert, optimiert und getestet. Für die Auswertung der Synchrotron-Topogramm-Serien wurde ein eigens dafür aufgebauter Scanplatz eingesetzt, der Auflösungen bis ca. $1\text{ }\mu\text{m/Pixel}$ und sehr genaues motorisches Verfahren erlaubt. Damit war eine exakte Analyse der zeitlichen Veränderungen an ausgewählten Stellen im Topogramm möglich.

Mittels in-situ-Topographie gelang es, die Gleitgeschwindigkeit an Proben, die mit verschiedenen Epitaxieverfahren hergestellt wurden, zu messen. Die ermittelten Geschwindigkeits-temperaturverläufe stimmen mit den durch TEM-Untersuchungen anderer Gruppen erhaltenen Ergebnissen annähernd überein. Die von mir gemessenen Geschwindigkeiten lagen aber systematisch unter denen mittels TEM erhaltenen. Ein Einfluss des Epitaxieverfahrens auf die Gleitgeschwindigkeit konnte nicht festgestellt werden. Lediglich eine erhöhte Sauerstoffkonzentration d.h. Sauerstoffatome auf Zwischengitterplätzen führte wie erwartet zur Verringerung der Geschwindigkeit.

Am Beispiel Kohlenstoffdotierung wurde untersucht, ob ein Einfluss von Punktdefekten in Form von Kohlenstoff auf Gitterplätzen auf die Gleitgeschwindigkeit festgestellt werden kann. Die dabei gemessene Geschwindigkeitsabweichung im Vergleich zu undotierten Proben war moderat, so dass kein signifikanter Einfluss von Punktdefekten auf die Geschwindigkeit der Versetzungsausbreitung vorliegt. Dies wird durch die Kurzzeittemperamente betätigt.

Sowohl anhand von Synchrotrontopographie als auch mittels Zweikristalltopographie im Labor wurde eine Vielzahl von Proben hinsichtlich des Nukleationsprozesses untersucht. Die Ergebnisse belegen, dass heterogene Nukleation vorliegt. Diese hängt in starkem Maße von der Art der Herstellung der Epitaxieschicht ab. Die einzelnen Nukleationszentren sind sehr unterschiedlich aktiv. Je nach ihrer Stärke produzieren sie Versetzungsbündel, die etwa 10 Versetzungen enthalten. Starke Zentren können bis zu ca. 100 Versetzungen erzeugen. Dieser Sachverhalt lässt sich nur erklären, wenn eine Verteilung unterschiedlich starker Nukleationszentren angenommen wird, die nacheinander aktiv werden.

Der Widerspruch, dass theoretische Arbeiten kein Blockieren unter den gegebenen Umständen erlauben, kann dadurch erklärt werden, dass Versetzungsbündel vorliegen, d.h. eng liegende Versetzungen selbst auf der Längenskala von AFM und TEM. Diese zeigen eine stärkere Wechselwirkung untereinander als einzelne Versetzungen, wie in den theoretischen Arbeiten vorausgesetzt wird.

Es konnte gezeigt werden, dass durch Laserbeschuss eine gezielte Auslösung von Relaxation möglich ist. Dabei zeigt sich indirekt, dass 'starke' Nukleationszentren Versetzungs-

bündel produzieren, die miteinander wesentlich stärkere Wechselwirkungen als Einzelversetzungen zeigen und so zu Blockieren und Quergleiten führen. Es konnte gezeigt werden, dass durch den Laserbeschuss vorerst inaktive (d.h. in frühen Stadien der Relaxation) Nukleationszentren aktiviert werden können oder eine hohe Dichte schwacher Zentren induziert wird. Von Laserspuren gehen daher bei Temperung homogene Fronten von Misfitversetzungen aus. Damit wird eine Möglichkeit aufgezeigt, ggf. definiert eine Nukleation von Misfitversetzungen auszulösen.

Es ist erstmals gelungen, Quergleitprozesse mittels in-situ-Röntgentopographie zu beobachten. So konnte das Quergleiten von anderen Wechselwirkungsprozessen an sich kreuzenden Versetzungen, wie dem Blockieren, unterschieden werden. Mittels TEM wurden an stark relaxierten Proben mit entsprechend hoher Versetzungsdichte die Kreuzungspunkte von Versetzungsbündeln untersucht. Es ergaben sich trotz sehr komplexer Wechselwirkungen Hinweise auf Quergleitprozesse, jedoch nicht für das Auftreten von Versetzungsmultiplikation.

Entgegen den Erwartungen war die Implantation nicht der Ursprung von Nukleationszentren. Durch Implantation von Argon konnte die Versetzungsausbreitung effektiv gestoppt werden. In Zusammenspiel mit der gezielten Erzeugung bzw. Aktivierung von Nukleationszentren durch Laserbeschuss könnte dies ein Weg sein, die Durchstoßversetzungen gezielt an vorgegebener Stelle zu konzentrieren. Die gezielte Auslösung von Relaxation könnte möglicherweise einen Weg eröffnen, eine Relaxation ohne das Auslösen von Blockieren und Quergleiten zu erreichen. Damit sollte auch die Zahl der verbleibenden Durchstoß-Versetzungssegmente deutlich reduziert werden können.

Es bleiben Fragen offen, die den mikroskopischen Mechanismus der Nukleation betreffen. In weiteren Arbeiten sollte mittels Zielpräparation über die Kette Topographie-AFM-TEM die Untersuchung von Nukleationszentren möglich werden, um genauere Aufschlüsse über den Nukleationsmechanismus zu gewinnen. Dabei sollte auch dem Defektverhalten in implantierten Bereichen bzw. an Laserspuren weiter nachgegangen werden. Weiterhin könnte so die Natur der Erzeugung oder Aktivierung von Defekten durch Laserbeschuss, sowie die Ursache der Versetzungsblockierung durch Implantation aufgeklärt werden.

6 Literaturverzeichnis

- [AHa68]: H. Alexander, P. Haasen, *Dislocations and Plastic Flow in the Diamond Structure*, Solid State Phys. Advances in Research and Applications, **22** (1968) 27-158
- [ALB95]: M. Albrecht, S. Christiansen, J. Michler, W. Dorsch, H. P. Strunk, P. O. Hansson, E. Bauser, *Surface ripples, crosshatch pattern, and dislocation formation: Cooperation mechanisms in lattice mismatch relaxation*, Appl. Phys. Lett., **67** (1995) 1232-1234
- [BKC95]: S. J. Barnett, A. M. Keir, A. G. Cullis, A. D. Johnson, J. Jefferson, G. W. Smith, T. Martin, C. R. Whithouse, G. Lacey, G. F. Clark, B. K. Tanner, W. Spirkel, B. Lunn, J. C. H. Hogg, P. Ashu, W. E. Hagston and C. M. Castelli, *In situ x-ray topography studies during the molecular beam epitaxy growth of InGaAs on (001) GaAs: effects of substrate dislocation distribution on strain relaxation*, J. Phys. D: Appl. Phys., **28** (1995) A17-A22
- [BPA96]: L. I. Berger, B. R. Pamplin, *Properties of Semiconductors*, 1996
- [CAP91]: M. A. Capano, L. W. Hobbs, L. Hart, D. Gordon-Smith, D. K. Bowen, C. R. Thomas, *Distribution of misfit dislocations in SiGe on Si measured with synchrotron-Radiation topography*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **221** (1991) 363-368
- [CAS89]: R. C. Cammarata, K. Sieradzki, *Surface Stress effects on the critical film thickness for epitaxy*, Appl. Phys. Lett., **55** (1989) 1197-1198
- [CHR95]: S. Christiansen, M. Albrecht, J. Michler, H. P. Strunk, *Elastic and Plastic Relaxation in Slightly Undulated Misfitting Epitaxial Layers A Quantitative Approach by Three-Dimensional Finite Element Calculations*, Phys. Rev. Lett., **75** (1995) 129-150
- [CSM90]: D. Chidambarro, G. R. Srinivasan, B. Cunningham, C. S. Murthy, *Effects of peirls*

barrier and epithreading dislocation orientation on the critical thickness in heteroepitaxial structures, Appl. Phys. Lett., **57** (1990) 1001-1003

- [Cul96]: A. G. Cullis, *Strain-induced modulations in the surface morphology of heteroepitaxial layers*, MRS Bull. Heteroepitaxie and Strain, **21** (1996) 21-26
- [DIS64]: J. P. Dismukes, L. Ekstrom, R. J. Paff, J. Phys. Chem., **68** (1964) 3021
- [DoT87]: B. W. Dodson, J. Y. Tsao, *Relaxation of strained-layer semiconductor structures via plastic flow*, Appl. Phys. Lett., **51** (1987) 1325-1327
- [DOR98]: W. Dorsch., B. Steiner, M. Albrecht, H. P. Strunk, H. Wawra, G. Wagner, *The transition from ripples to islands in strained heteroepitaxial growth under low driving forces*, J. Cryst. Growth, **183** (1998) 305
- [EKH89]: D. J. Eaglesham, E. P. Kvam, D. M. Maher, C. J. Humphreys, J. C. Bean, Phil. Mag. A, **59** (1989) 1059
- [Fis95]: G. G. Fischer, P. Zaumseil, *In situ x-ray investigation of the high-temperature behaviour of strained $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}$ and $\text{Si}_{1-y}\text{Ge}_y/\text{Si}$ heterostructures*, J. Phys. D: Appl. Phys., **28** (1995) A109-A113
- [FiZ97]: G. G. Fischer, P. Zaumseil, *Simulation of the Process of Strain Relaxation in $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}$ (100) Heterostructures*, phys. stat. sol. (a), **146** (1997) 767-778
- [Fre90]: L. B. Freund, *A criterion for arrest of a threading dislocation in a strained epitaxial layer due to an interface misfit dislocation in its path*, J. Appl. Phys., **68** (1990) 2073-2080
- [FrN96]: L. B. Freund, W. D. Nix, *A critical thickness condition for a strained compliant substrate/epitaxial film system*, Appl. Phys. Lett., **69** (1996) 173

- [FZO95]: G. G. Fischer, P. Zaumseil, E. Bugiel, H. J. Osten, *Investigation of the high temperature behavior of strained $\text{Si}_{1-y}\text{C}_y/\text{Si}$ heterostructures*, J. Appl. Phys., **77** (1995) 1934-1937
- [GIB91]: C. J. Gibbings, C. G. Tuppen, V. Higgs, *Dislocation glide velocity in n- and p-doped $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ layers on Si (001)*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **220** (1991) 205
- [GOS92]: T. J. Gosling, S. C. Jain, J. R. Willis, A. Atkinson, R. Bullough, *Stable configurations in strained epitaxial layers*, Phil. Mag. A, **66** (1992) 119-132
- [GOS94]: T. J. Gosling, S. C. Jain, A. H. Harker, *The Kinetics of Strain Relaxation in Lattice-Mismatched Semiconductor Layers*, phys. stat. sol., **164** (1994) 713-734
- [HaS78]: W. Hagen, H. Strunk, *A New Type of Source Generating Misfit Dislocations*, App. Phys., **17** (1978) 85
- [HaQ78]: W. Hagen, H. J. Queisser, *In situ x-ray topography of epitaxial Ge layers during growth*, Appl. Phys. Lett., **32** (1978) 269-270
- [HBB91]: R. Hull, J. C. Bean, D. Bahnck, L. J. Peticolas, K. T. Short, F. C. Unterwald, *Interpretation of dislocation propagation velocities in strained $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$ (100) heterostructures by the diffusive kink pair model*, J. Appl. Phys., **70** (1991) 2052-2064
- [HBL89]: R. Hull, J. C. Bean, D. J. Werder, R. E. Leibenguth, *Activation barriers to strain relaxation in lattice-mismatched epitaxy*, J. Appl. Phys., **40** (1989) 1681-1684
- [HEL79]: P.-E. Hellberg, S.-L. Zhang, F. M. d'Heurle, C. S. Peterson, *Oxidation of silicon-germanium alloys*, J. Appl. Phys., **82** (1997) 5773-5787
- [HER95]: H.-J. Herzog, *Crystal structure, lattice parameters and liquidus solidus curve of the SiGe-System* in: *Properties of Strained and Relaxed SiGe*, Editor E. Kasper, IEEE EMIS datareviews, (1995) 49-53

- [HGT90]: D. C. Houghton, C. J. Gibbings, C. G. Tuppen, M. H. Lyons, M. A. G. Halliwell, *Equilibrium critical thickness for $Si_{1-x}Ge_x$ strained layers on (100) Si*, Appl. Phys. Lett., **56** (1990) 460-462
- [HIL82]: J. P. Hirth, J. Lothe, Theory of Dislocations 2nd ed., 1982
- [HKG91]: V. Higgs, P. Kightley, P. D. Augustus, P. J. Goodhew, Appl. Phys. Lett., **59** (1991) 829
- [HOR78]: J. Hornstra, W. J. Bartels, *Determination of the lattice constant of epitaxial layers of III-V compounds*, J. Cryst. Growth, **44** (1978) 513-517
- [Hou91]: D. C. Houghton, *Strain relaxation kinetics in $Si_{1-x}Ge_x/Si$ heterostructures*, J. Appl. Phys., **70** (1991) 2136-2151
- [HuB88]: R. Hull, J. C. Bean, *Nucleation of misfit dislocations in strained-layer epitaxy in the Ge_xSi_{1-x}/Si system*, **A7** (1988) 2580-2585
- [HuB89]: R. Hull, J. C. Bean, *Nukleation of misfit dislocations in strained-layer epitaxy in the Ge_xSi_{1-x}/Si system*, J. Vac. Si. Technol. A, **7** (1989) 2580-2585
- [HuB99]: R. Hull, J. C. Bean, *Germanium Silicon: Physics and Materials*, Semiconductors and semimetals, **56** (1999)
- [HUL99]: R. Hull, E. A. Stach, R. Tromp, F. Ross, M. Reuter, *Interactions of Moving Dislocations in Semiconductors with Point, Line And Planar Defects*, Phys. Stat. Sol, **171** (1999) 133
- [ID19]: Beamline handbook, Diffraction Topography Beamline ID19, ESRF Grenoble
- [ImS83]: M. Imai, K. Sumino, *In situ study x-ray topografic study of the dislocation mobility in high-purity and impurity-doped silicon crystals*, Phil. Mag. A, **47** (1983) 599-621
- [JKM88]: B. Jenichen, R. Köhler, W. Möhling, *RTK2 - a double-crystal x-ray topographic camera applying new principles*, J. Phys., **E21** (1988) 1062

- [JoH86]: H. Jorke, H.-J. Herzog, *Mobility Enhancement in Modulation Doped Si-Si_{1-x}Ge_x Superlattice Grown by Molecular beam Epitaxy*, J.Electrochem.Soc. **133** (1986) 998-1001
- [KAG97]: V. M. Kaganer, R. Köhler, M. Schmidbauer, R. Opitz, B. Jenichen, *X-ray diffraction peaks due to misfit dislocations in heteroepitaxial Structures*, Physical Review B, **55** (1997) 1793
- [KAS95]: E. Kasper, A. Schuh, G. Bauer, B. Holländer, H. Kibbel, *Test of Vegard's law in thin epitaxial SiGe layers*, J. Cryst. Growth, **157** (1995) 68
- [KCW91]: S. Khorram, C. H. Chern, K. L. Wang, *Measurement of valence band offset in strained Ge_xSi_{1-x}/Si heterojunctions*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **220** (1991) 181-186
- [Köh94]: R. Köhler, *High Resolution X-ray Topography*, Appl. Phys., **A58** (1994) 149-157
- [KPR98]: R. Köhler, J.-U. Pfeiffer, H. Raidt, W. Neumann, P. Zaumseil, U. Richter, *Nucleation, Glide Velocity and Blocking of Misfit Dislocations in SiGe/Si*, Cryst. Res. Technol., **33** (1998) 593-604
- [KUL76]: S. B. Kulkarni, W. S. Williams,, *Dislocation velocities and electronic doping in silicon*, J. Appl. Phys., **47** (1976) 4318-4324
- [KVA91]: E. P. Kvam, *Nucleation of Dislocations in Strained Epitaxial Layers*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **221** (1991) 447-452
- [LAB82]: , Landoldt-Börnstein Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaft und Technik Neue Serie, 1982
- [LAB84]: , Landoldt-Börnstein Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaft und Technik Neue Serie, 1984

- [Lan59]: A. R. Lang, *The projection topograph: a new method in x-ray diffraction microradiography*, *act.cryst.*, **12** (1959) 249-250
- [Lan92]: A. R. Lang, *Topography in : International tables for crystallography Vol.C Mathematical, physical and chemical tables*, (1992) 113-136
- [LOE92]: F. K. Le Goues, J. A. Ott, K. Eberl, S. S. Iyer, *In situ study of relaxation in SiGe thin films by the modified Frank-Read mechanism*, *Appl. Phys. Lett.*, **61** (1992) 174-176
- [LEI92]: F. K. LeGoues, K. Eberl, S. S. Iyer, *Relaxation by the modified Frank-Read mechanism in compositionally Uniform thin films*, *Appl. Phys. Lett.*, **60** (1992) 2862-2864
- [LMM91]: F. K. LeGoues, B. S. Meyerson, J. F. Morar, *Anomalous Strain Relaxation in SiGe Thin Films and Superlattices*, *Phys. Rev. Lett.*, **66** (1991) 2903-2906
- [LMM92]: F. K. LeGoues, B. S. Meyerson, J. F. Morar, P. D. Kirchner, *Mechanism and conditions for anomalous strain relaxation in graded thin Films and superlattices*, *J. Appl. Phys.*, **71** (1992) 4230-4243
- [LMW99]: J. L. Liu, C. D. Moore, G. D. U'Ren, Y. H. Luo, Y. Lu, G. Jin, S. G. Thomas, M. S. Goorsky, K.L. Wang, *A surfactant-mediated relaxed Si_{0.5}Ge_{0.5} graded layer with a very low threading dislocation density and smooth surface*, *Appl. Phys. Lett.*, **75** (1999) 1586-1588
- [MaB74]: J. W. Matthews, A. E. Blakeslee, *Defects in epitaxial multilayers*, *J. Cryst. Growth*, **27** (1974) 118-125
- [MBV87]: P. M. J. Maree, J. C. Barbour, J. F. van der Veen, K. L. Kavanagh, C. W. T. Bulle-Lieuwma, M. P. A. Vieggers, *Generation of misfit dislocations in semiconductors*, *J. Appl. Phys.*, **62** (1987) 4413-4420
- [MEI95]: F. Meister, H. Schäfer, M. Franosch, W. Molzer, K. Aufinger, U. Scheler, C. Walz, M. Stolz, S. Boguth, J. Böck, *SiGe Base Bipolar Technology with 74 GHz f_{max} and 11 ps*

- [MER75]: J. H. v. d. Merwe, C. A. Ball, in: *Epitaxial growth, Part b*, Editor J.W.Matthews (1975) 493-528
- [Mey86]: B. S. Meyerson, *Low-temperature silicon epitaxy by ultrahigh vacuum/chemical vapor deposition*, Appl. Phys. Lett., **48** (1986) 797
- [Mil99]: S.Mil'shtein, *Dislocations in microelectronics*, Phys.Stat.Sol.(a), **171** (1999) 371-376
- [MLT94]: P. M. Mooney, F. K. LeGoues, J. Tersoff, J. O. Chu, *Nucleation of dislocations in SiGe layers grown on 001 Si*, J. Appl. Phys., **75** (1994) 3968-3977
- [MRS96]: MRS-Bulletin April 1996, MRS-Bulletin April 1996, **4** (1996)
- [NaS93]: D. K.Nayak, Y. Shiraki, *Strain adjustment for n-MODFETS: SiGe unstrained, Si strained (1,5%)*, in : *Properties of Strained and Relaxed SiGe*, Editor E.Kasper,IEEE EMIS datareviews, (1995) 205-210
- [NHK91]: D. B. Noble, J. L. Hoyt, P. Kuo, W. D. Nix, J. F. Gibbons, S. S. Laderman, J. E. Turner, S. J. Rosner, M. P. Scott, *The Effect of Oxygen on the Thermal Stability of $Si_{1-x}Ge_x$ Strained Layers Grown by Limited Reaction Processing*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **220** (1991) 247
- [NIE88]: O. H. Nielson, *Properties of Silicon*, INSPEC New York, (1988)
- [Nob90]: D. B. Noble, J. L. Hoyt, C. A. King, C. F. Gibbons, J. F. Kamins, M. P. Scott, *Reduction in misfit dislocation density by the selective growth of $Si_{1-x}Ge_x/Si$ in small areas*, Appl. Phys. Lett., **56** (1990) 51
- [PeH92]: D. D. Perovic, D. C. Houghton, *"Barrierless" Misfit Dislocation Nucleation in SiGe/Si Strained Layer Epitaxy*, **263** (1992) 391-402

- [PEO85]: R. People, J. C. Bean, *Calculation of critical layer thickness versus lattice mismatch for $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$ strained layer heterostructures*, Appl. Phys. Lett., **47** (1985) 322-324
- [PEO86]: R. People, J. C. Bean, *erratum: Calculation of critical layer thickness versus lattice mismatch for $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$ strained layer heterostructures*, Appl. Phys. Lett., **49** (1986) 229
- [PHL90]: D. C. Paine, D. J. Howard, D. W. Luo, R. N. Sacks, T. C. Eschrich, *The Relaxation of $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ strained Multilayers*, Mat. Res. Soc. Symp. Proc., **160** (1990) 237
- [PID92]: A. J. Pidduck, D. J. Robbins, A. G. Cullis, W. Y. Leong, A. M. Pitt, *Evolution of surface morphology and strain during SiGe epitaxy*, Thin Solid Films, **222** (1992) 78-81
- [POW94]: A. R. Powell, S. S. Iyer, *Silicon-Germanium-Carbon Alloys Extending Si Based Heterostructure Engineering*, Jpn. J. Appl. Phys, **33** (1994) 2388-2391
- [PPB99]: B. Pichaud, M. Putero, N. Burle, *Elemental Dislocation Mechanisms Involved in the Relaxation of Heteroepitaxial Semiconducting Systems*, Phys. Stat. Sol (a), **171** (1999) 251-265
- [RHK93]: F. M. Ross, R. Hull, D. Bahnck, L. J. Peticolas, C. A. King, *Changes in electrical device characteristics during in situ formation of dislocations*, Appl. Phys. Lett., **62** (1993) 1426-1428
- [RÖS81]: Röseler, Lehrbuch der Mineralogie, 1981
- [Sc97]: F. Schäffler, *High-Mobility Si and Ge Structures*, Semicond. Sci. Technol., **12** (1997) 1515-1550
- [Sc99]: H. Schäfer (Infineon München), *persönliche Mitteilung*, (1999)
- [Sch99a]: K. W. Schwarz, *Simulation of dislocations on mesoscopic scale. I. Methods and*

examples, J. Appl. Phys., **85** (1999) 109-119

- [Sch99b]: K. W. Schwarz, *Simulation of dislocations on mesoscopic scale. II. Application to strained-layer relaxation*, J. Appl. Phys., **85** (1999) 120-129
- [SEK95] A.Schüppen,,U.Erben,A.Gruhle,H.Kibbel,H.Schuhmacher, U.König, *Enhanced SiGe Heterojunction Bipolar Transistors with 160GHz f_{max}* , IEDM Proc. (1995) 743-746
- [ShF94]: K. Shintani, K. Fujita, *Effect of anisotropy on the stress and critical thickness of capped $Si_{1-x}Ge_x$ strained layers*, J. Appl. Phys., **12** (1994) 7842-7846
- [SRO89]: D. J. Srolovitz, *On the stability of surfaces of stressed solids*, Acta Metall., **37** (1989) 621-625
- [SST00]: E. A. Stach, K. W. Schwarz, R. Hull, F. M. Ross, R. M. Tromp, *New mechanism for dislocation blocking in strained layer epitaxial growth*, Appl. Phys. Lett., **5** (2000) 947-950
- [STW94]: W. Spirkel, B. K. Tanner, C. Whitehouse, S. J. Barnett, A. G. Cullis, A. D. Johnson, A. Keir, B. Usher, G. E. Clark, W. Hagston, C. R. Hogg, B. Lunn, *Simulation of X-ray reflection topographs from misfit dislocations*, Phil. Mag. A, **69** (1994) 221-236
- [SUM99]: K. Sumino, *Impurity Reaction with Dislocations in Semiconductors*, **171** (1999) 111-122
- [Tak69]: S. Takagi, *A Dynamical Theory of Diffraction for a Distorted Crystal*, J. Phys. Soc. Jpn., **26** (1969) 1239-1253
- [TPW00]: B. K. Tanner, P. J. Parbrook, C. R. Whitehouse, A. M. Keir, A. D. Johnson, J. Jones, D. Wallis, L. M. Smith, B. Lunn, J. H. C. Hogg, *Dependence of the critical thickness on Si doping of InGaAs*, Appl. Phys. Lett., **77** (2000) 2156-2158
- [TuG90]: C. G. Tuppen, C. J. Gibbings, *A quantitative analysis of strain relaxation by misfit*

dislocation glide in $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x/\text{Si}$ heterostructures, J. Appl. Phys., **68** (1990) 1526-1534

- [Vdo99]: V. I. Vdovin, *Misfit Dislocations in Epitaxial Heterostructures :Mechanisms of Generation And Multiplication*, Phys. Stat. Sol, **171** (1999) 239
- [Vol96]: A. B.Vollmer, *75-GHz prozess turbocharges gate arrays*, Electronic Design, 5 (1996) 36-39
- [WSS99]: L. K. Wickham, K. W.Schwarz, J. S. Stölken, *Rules for forest interactions between dislocations*, Phys. Rev. Lett, **83** (1999) 45744577
- [WZH95]: K. L. Wang, X. Zheng, in: *Properties of Strained and Relaxed SiGe*, Editor E.Kasper, IEEE Data review series No.12, (1995) 70-78
- [YWW99]: I. Yonega, M. Werner, M. Bartsch, U. Messerschmidt, E. R. Werner, *Recombination-Enhanced Dislocation Motion in SiGe and Ge*, phys. stat. sol. (a), **171** (1999) 35-40
- [ZaF97]: P.Zaumseil,G.G.Fischer, *Comparison of the thermal stability of $\text{Si}_{0,603}\text{Ge}_{0,397}/\text{Si}$ and $\text{Si}_{0,597}\text{Ge}_{0,391}\text{C}_{0,012}/\text{Si}$ superlattice structures*, J. Appl. Phys., **81** (1997) 6134-6140
- [Zau94]: P. Zaumseil, *A Fast X-Ray Method to Determine Ge Content and Relaxation of Partly Relaxed $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ Layers on Silicon Substrates*, phys. stat. sol.(a), **141** (1994) 155-161
- [ZJK94]: P. Zaumseil, U. Jagdhold, D. Krüger, *X-ray in situ observation of relaxation and diffusion processes in $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ layers on silicon substrates*, J. Appl. Phys, **76** (1994) 2191-2196

Teile der Arbeit wurden bereits veröffentlicht

Fachzeitschriften

- R.Köhler,J.-U.Pfeiffer,H.Raidt,W.Neumann,P.Zaumseil,U.Richter, *Nucleation, Glide Velocity and Blocking of Misfit Dislocations in SiGe/Si*, Cryst.Res.Technol. **33** (1998) 593-604

Tagungen und Berichte

- 5. Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Kristallographie, 10.-12.3.1997, Hamburg, *Growth Velocity of Misfit Dislocations in SiGe/Si Layers Measured by X-Ray Topography*
- 6. Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Kristallographie, Karlsruhe, 2.-5.3.1998
- X-Top'98 4th Europ Symp on High Resolution Diffraction and Topographie
9-11.9.1998 Durham /UK Vortrag: *Relaxation in SiGe/Si Layers investigated by X-ray Topography*
- Kristallographisches Kolloquium an der Humboldt-Universität zu Berlin, Berlin,
14.Januar 1998 Vortrag: *In situ Untersuchungen zum Relaxationsverhalten dünner SiGe-Schichten*
- Herbstschule Röntgenbeugung Oct.1999 Smolenice Vortrag: *Nucleation and Propagation of Misfitdislocations in SiGe/Si Layers Investigated by X-ray Topography*
- Kristallographisches Kolloquium an der Humboldt-Universität zu Berlin, Berlin,
27.Januar 2000 Vortrag: *Röntgentopographische Untersuchungen zum Einsetzen der Relaxation in $Si_{1-x}Ge_x/Si$*

Berichte

- Abschlussbericht zum DFG-Projekt KO 1510/1: *Untersuchungen der Anfangsstadien der Relaxation von $\text{Si}_{1-x}\text{Ge}_x$ -Schichten durch Misfitversetzungen*
- Abschlussbericht für das Projekt
Realstruktur: Defekte, Deformationen und mesoskopische Grenzflächenstruktur in Schichtsystemen gefördert durch die Max-Planck-Gesellschaft,
Abschnitt: *Misfitversetzungen in SiGe/Si*

Abbildungsverzeichnis

Pseudomorphes Wachstum und tetragonale Verzerrung der Einheitszellen	6
Möglichkeiten des Abbaus von elastischen Verspannungen der Epitaxieschicht	11
Elastische Relaxation der Schicht durch Ausbildung von Oberflächenwellen	13
Burgersumlauf nach der RHFS-Konvention für eine Stufenversetzung.....	17
eingeschobene Netzebene und Lage der Gleitebene	18
Kubische flächenzentrierte Zelle mit Lage der möglichen Burgersvektoren.....	19
Burgersvektoren und Gleitebenen für 60°-Versetzungen in Diamantstruktur.....	21
Lage einer (111)-Gleitebene	22
Kritische Schichtdicke nach Matthews-Blakeslee	23
Orientierung des Durchstoßsegments	27
Prinzip der Röntgentopographiemethode für den Braggfall.....	39
Section-Topographieverfahren.....	41
Topographie nach Lang.....	42
Berg-Barrett Topographiemethode.....	43
Weissstrahltopographie	44
Zweikristalltopographie in Transmission (a) und Reflexion (b).....	45
Prinzip der Zweikristalltopographie mit asymmetrischem Kollimatkristall.....	46
Prinzip der Zweikristall-Topographiekamera mit krümmbarem Kollimatkristall	49
Reflexionskurve des Si 224-Reflexes	53
Aufbau des Ofens für die Synchrotrontopographie.....	56
Probenhalter mit Widerstandsheizung.....	58
Ofeneichung mit Hilfe des Übergangs zwischen Tief- und Hochtemperatur-Quarz	59
Kurzzeittemperofen mit Steuergerät.....	61
Probenrohr mit Testprobe.....	61
Resultierende Kraft auf die AFM-Spitze	63
Aufbau eines Atom-Kraft- Mikroskops.....	65
Schema des Videomikroskopierplatzes.....	66
Aufbau der Beamline ID 19 am ESRF Grenoble.....	69
Schematische Darstellung des Synchrotronexperiments	71
Synchrotron Topographie Kamera.....	72
Skizze der eingestellten n,-n-Anordnung.....	74
Entstehung einer Oberflächengleitstufe bei Bewegung in der Gleitebene.....	79
Änderung des Profils einer Gleitstufe durch nachfolgende Oxidation.....	80

Verfälschung des Gleitstufenprofils durch die Form der AFM-Spitze.....	80
Netz von Indentereindrücken	82
Oberflächenverunreinigung nach dem Tempern.....	83
Schema einer MBE-Anlage für die Epitaxie von SiGe-Schichten.....	85
Schema Reaktionsgefäß der LPCVD Anlage Centura HT von Applied Materials.....	88
Auf die Proben aufgebrachtes Muster von mittel Laser geschriebener Linien	95
Messung der Versetzungslänge	97
Topogrammserie	98
Probe D673-19 im 448-Reflex aufgenommen.....	100
Arrheniusdarstellung der Gleitgeschwindigkeit v für Proben der Probengruppen B und A ...	101
Ausbreitungsgeschwindigkeit von Misfitversetzungen für CVD-Proben.....	102
Große Einschlüsse die als Versetzungsquellen aktiv sind.....	103
Aktivierungsenergie für die Entstehung bzw. die Entfernung von Stufen an der Oberfläche.	107
Versetzungsmultiplikation durch den Frank-Read-Mechanismus	108
Heterogene Nukleation auf einer MBE-Probe (Gruppe B)	110
Defekte als Nukleationszentren:.....	112
Schematische Defekt-'Stärken'-Verteilung:.....	113
Röntgentopogramm ((044)-Reflex) einer CVD-Probe (ProbengruppeB).....	115
Röntgentopogramm (044)-Reflex einer MBE-Probe (Probengruppe A).....	116
Röntgentopogramm einer CVD-Probe im (044)-Reflex.....	115
AFM-Aufnahme einer MBE-Probe (ProbengruppeA)Von diesem Defekt gehen in alle Richtungen	
Misfitversetzungen aus.....	117
Röntgentopogramm ((044)-Reflex) einer MBE-Probe (ProbengruppeA).....	118
AFM-Aufnahme einer MBE-Probe.....	118
Linien-scans einer AFM-Aufnahme (Probe der Gruppe A)	119
Blockierung von Versetzungen Röntgentopogramm	120
Blockierung von Versetzungen. AFM.....	121
Schematische Darstellung des Steckenbleibens einer propagierenden Versetzung.....	122
Das Auftreten von Quergleiten zeigt sich durch winkelförmige Kontraste	124
Schematische Darstellung des Quergleitens einer Versetzung.....	125
Quergleiten von Misfitversetzungen.....	126
TEM-Aufnahme sich kreuzender Versetzungsbündel.....	127
Kreuzung von Versetzungsbündeln.....	128
Schema der Laserspuren.....	129
Röntgentopogramm einer Probe der Probengruppe C	130

Relaxation an einer Laserspur.....	131
Kreuzende Versetzungsfronten von Laserspuren (Röntgentopogramm)	132
Röntgentopogramm des implantierten Streifens auf der Probe D965-12 (Probengruppe B)...	133
AFM-Aufnahme vom Rand eines Implantationsstreifens Probe der Probengruppe B	134
Röntgendiffraktometrische Bestimmung des Relaxationsgrades an Probe D966	136

Danksagung

Diese Arbeit wurde in der Arbeitsgruppe Röntgenbeugung der Humboldt-Universität zu Berlin angefertigt. An dieser Stelle möchte ich allen für die tatkräftige Unterstützung danken, die mir bei dieser Arbeit zur Seite gestanden haben.

Herzlich danken möchte ich vor allem meinem Doktorvater Herrn Prof. Dr. Rolf Köhler für die Anregung zu diesem Thema, sowie für die vielen wertvollen Hinweise und Ratschläge, mit denen er den Fortgang und Abschluss der Arbeit gefördert hat.

Herr Raidt danke ich für die Einführung in die Kristallographie, die AFM-Aufnahmen und die TEM-Untersuchungen sowie für zahlreiche anregende Diskussionen.

Herrn Dr. Martin Schmidbauer danke ich für die zahlreichen Messungen am Diffraktometer sowie für die vielen Hinweise und Diskussionen.

Herrn Dr. Jürgen Härtwig und seinen Mitarbeitern sei für die tatkräftige Hilfe bei den Messzeiten am ESRF gedankt.

Der Physiklaborantin Frau Jane Richter danke ich für umfangreiche experimentelle Unterstützung.

Unserem Mechaniker Herr Bothmann danke ich für die Anfertigung von Teilen für die Topographiekamera sowie den Aufbau der STK, die am ESRF in Grenoble installiert wurde.

Herrn Rainer Schurbert sei hier für die Unterstützung in vielerlei technischen Fragen und bei den Messungen am ESRF gedankt.

Für Herstellung der Proben möchte ich mich bei den Kollegen aus dem Institut für Halbleiterphysik Frankfurt/Oder Herrn Dr. Griesche, Herrn Dr. Zaumseil und Prof. Dr. Osten bedanke. Eine große Hilfe waren die zusätzlichen Proben aus dem industriellen Fertigungsumfeld aus der Hand von Herrn Herbert Schäfer von der Firma Infineon in München. Für weitere Proben aus dem Fraunhofer IMS in Dresden danke ich Herrn Dr. Wolf.

Mein Dank gilt Herrn Prof. Dr. Werner Neumann, der es ermöglichte, dass im Rahmen dieser Arbeit Proben am 1MeV TEM-Gerät in Halle untersucht werden konnten. Für die Unterstützung dabei sei Herrn U. Richter gedankt, an dessen Gerät diese TEM-Aufnahmen entstanden.

Abschließend soll der MPG und der DFG für die finanzielle Unterstützung der Untersuchungen sowie für die Finanzierung der Messapparaturen gedankt werden.

Erklärung

Hiermit erkläre ich, die vorliegende Arbeit selbständig und nur unter Verwendung der angegebenen Hilfsmittel und Quellen verfasst zu haben.

Ich habe mich anderwärts nicht um einen Doktorgrad beworben und besitze einen entsprechenden Doktorgrad nicht.

Ich erkläre die Kenntnisnahme der dem Verfahren zugrunde liegenden Promotionsordnung der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät der Humboldt-Universität zu Berlin.

Berlin, 28. Februar 2001

Jens-Uwe Pfeiffer